



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

– المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة – عناية

ECOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGÉNIERIE - ANNABA -

(EX ENSMM)

DÉPARTEMENT SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME

D'INGÉNIEUR D'ETAT

SPÉCIALITÉ : SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

Intitulé:

Protection à la corrosion des aciers par conversion chimique

Présenté par

Bekrar Hanine

Encadrant	Grade	Établissement d'affiliation
BENDEBANE Salima	MCA	ENSTI-Annaba (ex ENSMM)
Président	Grade	Établissement d'affiliation
MATOUGUI Nedjoua	MC A	ENSTI-Annaba (ex ENSMM)
Examineur(s)	Grade	Établissement d'affiliation
BENDJEDDOU Louiza	MC B	ENSTI-Annaba (ex ENSMM)

Année / 2023



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة - غابة
Ecole Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie -
Annaba

Département : Science et Génie des Matériaux

**AUTORISATION DE DEPOT FINAL DU
MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**

Je soussigné (e) M.^{me} NATOUGUI NADJOUA.....
Président(e) du jury de soutenance de mémoire de fin d'études (MFE), déclare
avoir autorisé l'ingénieur d'état M.^{me} BEKRAR Hanine.....
à déposer son mémoire de fin d'études après avoir apporté les corrections
signalées par les membres du jury.

Avis du Promoteur :

Avis favorable BENDEBBANE Selima 

Avis de l'Examineur :

D^r L. BENJEDOU 

Président du Jury

Dr N. NATOUGUI


Remerciement

Avant tout, Allah merci de m'avoir donné la patience et la volonté pour effectuer ce modeste travail.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Monsieur **Medani Abdenour**, qui a apporté une aide précieuse et un soutien inestimable tout au long de l'élaboration de ce mémoire. Sa contribution et ses conseils éclairés ont grandement enrichi mon travail de recherche. Je suis profondément reconnaissante pour sa générosité, sa disponibilité et son expertise. Sa bienveillance et son soutien ont été d'une importance capitale dans la réalisation de ce projet.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mon encadrante Mme **Bendebane Salima** pour son soutien et ses conseils tout au long de ce mémoire. Sa bienveillance et son expertise ont été d'une aide précieuse dans l'accomplissement de ce travail. Merci pour sa disponibilité et son investissement constant.

الملخص

يقوم هذا المذكرة بتحليل مفصل لكل مرحلة في عملية معالجة الفوسفات، مع التركيز على المعايير الرئيسية والشروط المثلى والعوامل التي تؤثر على جودة طلاء الفوسفات المتكون. توصلت النتائج والتوصيات المقدمة إلى تحسين كفاءة وجودة معالجة الفوسفات في مختلف التطبيقات الصناعية، مما يساهم في حماية وتحسين الأسطح المعدنية المعالجة. تمت دراسة العوامل المؤثرة مثل التركيز الأمثل للمحلول الفوسفاتي والشروط المثلى وتأثيرها على سمك وتشكل طلاء الفوسفات. استنتجت النتائج في تحديد المعلمات والتوصيات لتحقيق طلاء الفوسفات عالي الجودة. تعتبر هذه المذكرة مرجعاً قيماً للصناعات التي تستخدم عملية معالجة الفوسفات في تطبيقاتها، وتساهم في تحسين جودة المنتجات وتحسين أداء الأسطح المعدنية المعالجة.

. الكلمات المفتاحية: معالجة, فوسفات, صفيحة, طلاء, اختبار

Abstract

This study thesis thoroughly analyzes each stage of the phosphatation treatment, focusing on key parameters, optimal conditions, and factors influencing the quality of the formed phosphate coating. The conclusions and recommendations provided aim to improve the efficiency and quality of phosphatation treatment in various industrial applications, thereby contributing to the protection and enhancement of treated metal surfaces.

Keywords: treatment, phosphatation, sheet metal, paint, testing.

Résumé

Ce mémoire analyse en détail chaque étape du traitement de phosphatation, en mettant l'accent sur les paramètres clés, les conditions optimales et les facteurs influençant la qualité du revêtement de phosphate formé. Les conclusions et recommandations fournies permettent d'améliorer l'efficacité et la qualité du traitement de phosphatation dans diverses applications industrielles, contribuant ainsi à la protection et à l'amélioration des surfaces métalliques traitées.

Les mots clé : traitement, phosphatation, tôle, peinture, essai.

Table des matières

Remerciement	1
Abstract	2
Résumé	2
Liste de figure	4
Liste des tableaux	5
Introduction Générale	6
Chapitre 1 : Présentation de la société IRIS.....	8
INTRODUCTION	8
SITUATION GEOGRAPHIQUE.....	9
Historique	9
DESCRIPTION DU COMPLEXE ET SES ATELIERS.....	10
ACTIVITES [2]	16
CLASSEMENT ET CONFORMITE DE L’ETABLISSEMENT	17
Chapitre 2 : Traitement des surfaces métallique	20
INTRODUCTION	20
TYPES DE TRAITEMENTS DE SURFACE	20
NOTION DE COUCHE MINCE	23
PHOSPHATATION	32
Classification des revêtements de phosphate	34
Traitement chimique des surfaces métallique au niveau de IRIS	35
Chapitre 3 : Matériaux et technique de caractérisation.....	45
Introduction	45
Composition chimique du matériau	45
Caractéristiques mécaniques	45
Préparation des échantillons	46
Techniques de caractérisation.....	47
Test de contrôle de qualité.....	49
Chapitre 4 : Résultats et discussion	55
Introduction	55
Résultats et discussion	55
Contrôle de qualité de la tôle après la peinture	57
Caractérisation des différents échantillons	60
Conclusion générale	68

Liste de figure

Figure 1:Situation géographique de la société Iris	9
Figure 2: Matière première.....	11
Figure 3:Produit final	11
Figure 4:Chaudière (source de vapeur)	11
Figure 5:Machine moulage.....	12
Figure 6:Forme de EPS	12
Figure 7:Machine d'injection	12
Figure 8:Tôle noire.....	13
Figure 9:Tôle galvanisé.....	13
Figure 10:Machine feeder	14
Figure 11:Taraudeuse.....	14
Figure 12:Zone d'époxy.....	15
Figure 13:Pièce émaillée	15
Figure 14:Ligne d'assemblage	16
Figure 15:Activités de la société Iris	17
Figure 16:Schéma d'une couche mince déposée sur un substrat.	23
Figure 17:Principaux procédés de dépôt de couches minces	25
Figure 18:Dépôt physique en phase vapeur.	26
Figure 19:Principe de l'évaporation thermique.....	27
Figure 20:Schéma conventionnel d'un système d'ablation laser.....	27
Figure 21:Principe de la pulvérisation cathodique.....	28
Figure 22:Dispositif expérimental de LPCVD.....	29
Figure 23:Dispositif expérimental de PECVD.....	29
Figure 24:Schéma de Principe de la méthode Sol-Gel.....	30
Figure 25:Montage expérimental du spray pyrolyse	30
Figure 26:Montage expérimental de l'électrodéposition	31
Figure 27:la tôle sans affineur	40
Figure 28:la tôle avec affineur	40
Figure 29:Principe de la mesure de la micro-dureté : (a) indenteur en diamant et son empreinte,	48
Figure 30:Microscope optique	49
Figure 31:appareil de test de choc	50
Figure 32:Peigne de quadrillage.....	51
Figure 33:appareil de test de pliage.....	52
Figure 34:Tôle brute teintée	55
Figure 35:Tôle subit seulement un traitement de dégraissage teintée	56
Figure 36:Tôle subit tous les traitements nécessaires.....	57
Figure 37:Pièce subit à un test de choc	58
Figure 38:Pièce subit à un test de choc.	59
Figure 39:Pièce subit à un test de pliage	60
Figure 40: Positector	60
Figure 41:Profil de micro-dureté HV pour le substrat non traité et les trois substrats	61
Figure 42:Profilomètre 3D de l'échantillon référence	62
Figure 43:a) Profilométrie 2D ($R_a = 0,45 \mu m$), b) image 2D de la surface de.....	62
Figure 44:Profilomètre 3D de l'échantillon 01	63
Figure 45:a) Profilométrie 2D ($R_a = 0,33 \mu m$), b) image 2D de la surface de l'échantillon	63
Figure 46:Profilomètre 3D de l'échantillon 02	64
Figure 47:a) Profilométrie 2D ($R_a = 0,24 \mu m$), b) image 2D de la surface de l'échantillon 2	65
Figure 48:Profilomètre 3D de l'échantillon 03	65
Figure 49:a) Profilométrie 2D ($R_a = 0,06 \mu m$), b) image 2D de la surface de l'échantillon 3	66
Figure 50:Variation de la rugosité en fonction de type de l'échantillon.	66
Figure 51:Variation du frottement en fonction de la charge normale pour les différents	67

Liste des tableaux

Tableau 1:Classification de l'établissement	17
Tableau 2:Contrôle sur le bain de dégraissage	38
Tableau 3:Contrôle sur le bain de rinçage	39
Tableau 4:Contrôles sur le bain d'affineur	40
Tableau 5:Contrôles sur le bain de phosphatation.....	41
Tableau 6:Contrôles sur le bain de rinçage	42
Tableau 7:Composition chimique d'acier DC04 selon la fiche technique.	45
Tableau 8:Caractéristiques mécanique	45
Tableau 9:Caractéristiques des différents produits utilisés	46
Tableau 10:Résultats de KCU pour les différents échantillons étudiés.....	58
Tableau 11:la micro-dureté moyenne des différents échantillons étudiés.....	61

Introduction Générale

L'industrie des revêtements et des peintures s'appuie sur des procédés de préparation de surface afin d'assurer l'adhérence et la durabilité des revêtements appliqués sur les matériaux métalliques. Parmi ces procédés, la phosphatation des tôles métalliques a gagné en popularité en raison de son efficacité dans la préparation des surfaces avant l'application de la peinture. La phosphatation consiste à former une fine couche de conversion chimique sur la surface métallique, améliorant ainsi l'adhérence de la peinture et offrant une protection contre la corrosion.

Cependant, pour obtenir des résultats optimaux, il est essentiel de comprendre les différentes étapes du processus de phosphatation, ainsi que l'importance des traitements de surface complémentaires.

Ces traitements garantissent une adhérence optimale de la peinture, une résistance à la corrosion et une durabilité accrue du revêtement.

Dans cette étude, nous nous pencherons sur les différentes étapes du processus de préparation de surface, en mettant l'accent sur le dégraissage, le rinçage et la phosphatation. Nous examinerons les produits chimiques utilisés, les conditions de traitement et leur impact sur les performances du revêtement final. De plus, nous aborderons l'importance du séchage des tôles traitées pour éliminer toute trace d'humidité et prévenir les défauts de revêtement.

Le manuscrit est scindé en plusieurs chapitres :

Dans le premier chapitre, une présentation détaillée de l'entreprise IRIS a été effectuée.

Le deuxième chapitre est consacré aux méthodes des traitements des surfaces notamment la phosphatation.

Le troisième chapitre décrit le matériau utilisé, sa composition chimique et les méthodes de caractérisations utilisées à savoir la microscopie optique, les tests mécaniques (micro-dureté et adhérence), profilométrie 2D et 3D.

Le dernier chapitre est réservé aux résultats expérimentaux et leurs interprétations suivies d'une conclusion générale et les perspectives clôturant ce mémoire.

Chapitre I : Présentation de la société IRIS

Chapitre 1 : Présentation de la société IRIS

INTRODUCTION

L'Algérie connaît depuis quelques années une ascension fulgurante de l'industrie de l'électroménager et l'électronique notamment pour la production locale.

Aujourd'hui, les industries de fabrication en grande série comme l'électroménager, électronique etc. Sont confrontées à de nombreux défis tels que la concurrence intensive, la mondialisation des marchés, les turbulences de l'environnement économique. Il paraît évident que, aujourd'hui et dans les années à venir, réussiront uniquement les entreprises les plus performantes Qui seront plus aptes à tirer profit des opportunités et à réduire les menaces auxquelles elles seront confrontées.

IRIS est une des marques incontournables dans le marché, grâce à sa vision stratégique, le personnel qualifié, et l'amélioration continue.

PRESENTATION

IRIS Algérie est la marque commerciale de l'entreprise algérienne «SATEREX » spécialisée dans la fabrication des produits électronique, électroménager. EURL SATEREX aujourd'hui recrute plus de 2500 personnes. Les produits sont fabriqués dans des unités différentes. Ces unités sont :

- ☐ Unité de montage de produit électronique IT.
- ☐ Unité de transformation de plastique.
- ☐ Unité de fabrication des réfrigérateurs Urf.
- ☐ Unité de fabrication de machine à lavé.
- ☐ Unité de complexe électroménager CEM.
- ☐ Unité de fabrication de télévisions TV. [1]

SITUATION GEOGRAPHIQUE

Le complexe des électroménagers IRIS (EURL SATEREX IRIS) est situé dans la zone industrielle publique de Sétif exactement dans la zone d'activités, tranche n°4, lot n°9, à environ 4 km de Sétif, en Algérie. Le site est entouré de diverses installations et infrastructures, mais sans plus de détails spécifiques [2].

- ✍ Au Nord : Terrain vide.
- ✍ Au sud : dépôt de stockage IRIS.
- ✍ A l'Est : Terrain vide.
- ✍ A l'Ouest : dépôt de maintenance Actel.

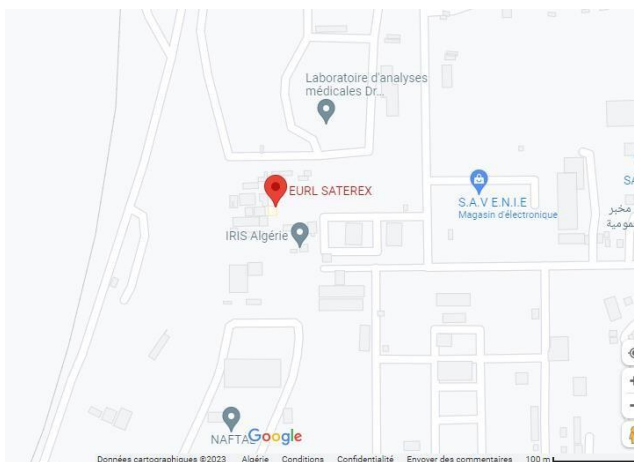


Figure 1: Situation géographique de la société Iris

Historique

IRIS, la marque de la société algérienne "SATEREX", a été établie en 2004 à Sétif dans le but de répondre à la demande croissante de produits électroniques et électroménagers. Depuis sa création, il y'a près d'une décennie, Iris est devenue le précurseur dans l'industrie de l'électronique et de l'électroménager grand public, grâce à la maîtrise d'une technologie d'avant-garde acquise par la fabrication de nombreux produits électroniques et électroménagers, tels que les téléviseurs et les récepteurs satellite ou encore les réfrigérateurs , les machines à laver ou les climatiseurs [1]

En juin 2015, Iris a lancé le premier téléviseur LED Ultra HD fabriqué en Algérie, marquant ainsi une prouesse technologique. Cependant, Iris ne s'est pas uniquement concentrée sur l'aspect technique. Elle a également adopté une politique de prix équitables, en accord avec le pouvoir d'achat des consommateurs algériens. Cette approche a permis à un

large public d'avoir accès à un produit de haute qualité. Pour Iris, contribuer à améliorer le quotidien des Algériens est une source de fierté.

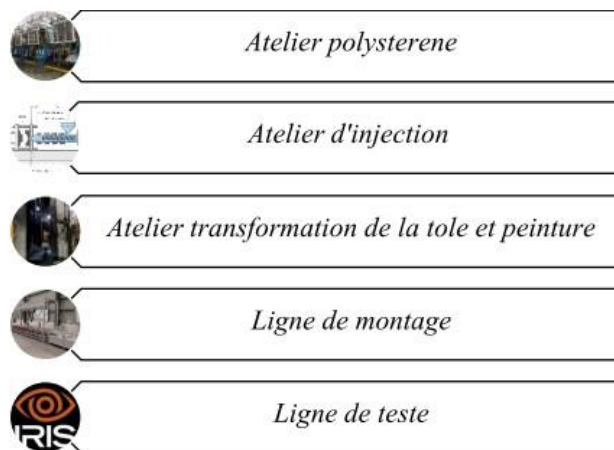
En 2016, Iris a concrétisé son engagement envers l'Algérie en établissant la première usine de fabrication de pneumatiques du pays, qui est également la plus grande d'Afrique.

DESCRIPTION DU COMPLEXE ET SES ATELIERS

Il se compose de plusieurs ateliers qui fabriquent 3 types de produits :

1. CKD ==> Completely knocked down (les pièces sont séparées)
2. SKD ==> Semi-knocked down (quelques pièces sont assemblées)
3. CBU ==> Completely built-up

Il consiste:



Atelier polystyrène

Le polystyrène est issu de la pétrochimie. Son composant de base, le monomère styrène est extrait d'un sous-produit de raffinage du pétrole appelé le naphta (figure 1.2), mais on le trouve aussi naturellement dans certains aliments et plantes.

Le produit final obtenu PSE (polystyrène expansé) (figure 1.3) est utilisé pour l'emballage des produits obtenus. [3]



Figure 2: Matière première

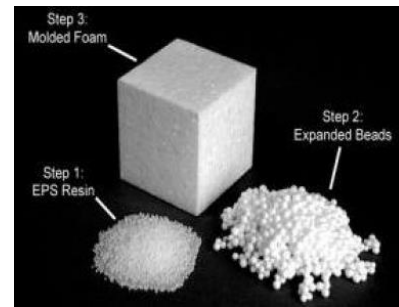


Figure 3: Produit final

Le procédé de fabrication de polystyrène expansé (PSE) passe par trois (03) étapes essentielles :

❑ **Détermination de la densité de la bille**

Appelée aussi pré-expansion, c'est l'étape la plus importante car le choix de la densité du polystyrène expansé dépend de leur application. Elle consiste à chauffer les perles par la vapeur d'eau provient de la chaudière (figure 1.4). [4]



Figure 4: Chaudière (source de vapeur)

❑ **Mûrissement**

Cette étape est nécessaire pour permettre un moulage efficace et un PSE de bonne. Elle consiste à reposer le polystyrène expansé le maximum pour arriver à un bon résultat.

❑ **Moulage du polystyrène expansé**

C'est l'étape de mise en forme. Les billes mûries sont alors injectées dans un moule qui est chauffé à la vapeur pour permettre aux billes de s'expanser une deuxième fois et

de se fusionner entre elles pour ensuite être refroidies et ainsi assurer la stabilisation de la forme qui leur a été donnée.



Figure 5: Machine moulage



Figure 6: Forme de EPS

Atelier d'injection de plastique

L'injection plastique permet de fabriquer en grande série des objets en polymère (ABS, EPS, Crystal, polycarbonate). La machine ou bien la presse d'injection (figure 1.7) est une machine automatique. [5]

La machine comporte deux parties principales :

❑ **Partie injection** : constitue de :

- Un malaxeur dont le quel on mélange la matière et son colorant tel qu'on doit faire un séchage (matière première + colorant) pour débarrasser la matière de l'humidité.
- Un aspirateur de matière pour le remplissage de la trémie et ceci après ajuster la T_f dans le fourreau spécifique pour chaque matière et on attend pour quelques minutes



Figure 7: Machine d'injection

❑ **Partie moule**

- La matière dosée et accumulée à l'extrémité du fourreau est ensuite injectée dans le moule par un mouvement de piston
- Le moule, équipé de canaux de refroidissement, est ensuite ouvert lorsque la pièce est complètement solidifiée. Un nouveau cycle peut alors recommencer.

Atelier transformation des tôles

Il y'a deux type de tôles :

- ✎ Tôle noire DC04 (tôle laminé à froid)
- ✎ Tôle galvanisé DX51, 53,54.



Figure 8: Tôle noire

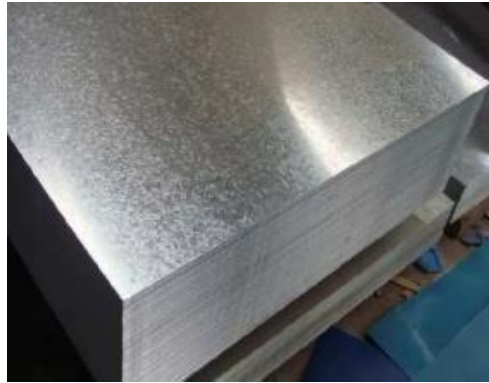


Figure 9: Tôle galvanisé

Pour avoir le produit fini à partir d'une tôle on doit passer par plusieurs étapes en utilisant plusieurs machines.

❑ **Pour les petites pièces**

Pour avoir des tôles brute à partir du bobine on passe par la cisaille guillotine qui facilite le découpage selon la forme et les dimensions souhaitées. Ensuite on met la tôle dans un feeder (figure 1.10) qui est une machine qui a deux fonctions, elle étire et règle la tôle des défauts et la passe à la deuxième machine pour obtenir la forme voulu, Après on fait des trous dans les pièces qu'on a eu à partir du dernière machine avec une taraudeuse (figure 1.11) pour créer des spirales ou on vice.



Figure 10: Machine feeder



Figure 11: Taraudeuse

Pour les grandes pièces

Il y'a deux presses :

- Presse excentrique ou bien mécanique : les presses excentriques sont principalement utilisées dans le travail à froid de la tôle pour les opérations de cisailage et de poinçonnage [1]
- Les presses hydrauliques : C'est une machine avec un circuit hydraulique qui fournit une grande force de compression. Elle transmet un effort démultiplié servant à écraser ou déformer la tôle

Atelier de peinture

Deux types de peinture sont appliqués : époxy et émaillage.

Epoxy

Elle est sous forme de poudre, elle s'applique sur la tôle par avec un système électrostatique. Pour ce type de peinture la tôle passe par 3 étapes :

- ❑ Traitement de la surface : Cette étape consiste à assurer que la zone sur laquelle on applique l'époxy est propre. Ces étapes se fait dans un tunnel et ils sont :
 - Pré-dégraissage : éliminer l'huile
 - Dégraissage : avec un dégraissant spécifique
 - Rinçage 1 et rinçage 2 : avec l'eau adoucit
 - Activation : pour crée des charge dans la tôle et activé la tôle pour crée une couche protectrice contre la corrosion,
 - Phosphatation : création de la couche mince pour protéger la tôle de corrosion. [6]



Figure 12: Zone d'époxy

- ❑ Séchage : En suit, la tôle traitée est bien séchée dans un four spécialisée de 100°C à 120°C
- ❑ Peinture : La tôle passe à la phase de peinture sous un effet électrostatique, on donne une charge positive à la tôle et une charge négative à la poudre de peinture cette attraction permet à la poudre de peinture de bien se coller. En fin, la tôle est menée à un four de 200°C pour une bonne cuisson de la peinture et aussi une bonne finition du produit.

L'émaillage

Ce mode de peinture ne nécessite pas un traitement de la surface car il se fait à grand degré de température. En effet, la pièce est recouverte avec une poudre d'email puis on la met dans le four a environ de 800°C. [7]



Figure 13: Pièce émaillée

Ligne d'assemblage

Une ligne de montage ou chaîne de montage est un ensemble de postes de travail spécialisés disposés dans un ordre préétabli correspondant à la succession des opérations d'assemblage des composants d'un produit. Elle nécessite un grand nombre d'effectif car c'est un travail de chaîne qui consiste à : mettre les « joints anti vibration », placer le compresseur et la bobine, monter les pièces arrivées de la préfabrication, faire les soudures nécessaires, brancher le circuit électrique...



Figure 14:Ligne d'assemblage

Ligne de test

Le produit qui a été envoyé hors de la ligne de montage est testé pour vérifier la qualité de ce produit et assurer la sécurité du client en premier et gagner son admiration pour le produit deuxièmement.

Service contrôle de qualité

Le contrôle de qualité représente l'ensemble des actions et processus permettant d'assurer la qualité de produits.

ACTIVITES [2]

L'ensemble des activités de EURL SATEREX est concentré sur :

- ☐ Fabrication des réfrigérateurs 01.
- ☐ Fabrication des réfrigérateurs 02.
- ☐ Fabrication des climatiseurs et de fours domestiques.
- ☐ Fabrication des téléviseurs.
- ☐ Injection plastique.
- ☐ Fabrication de machine à laver.

❑ Fabrication des produits pneumatiques.

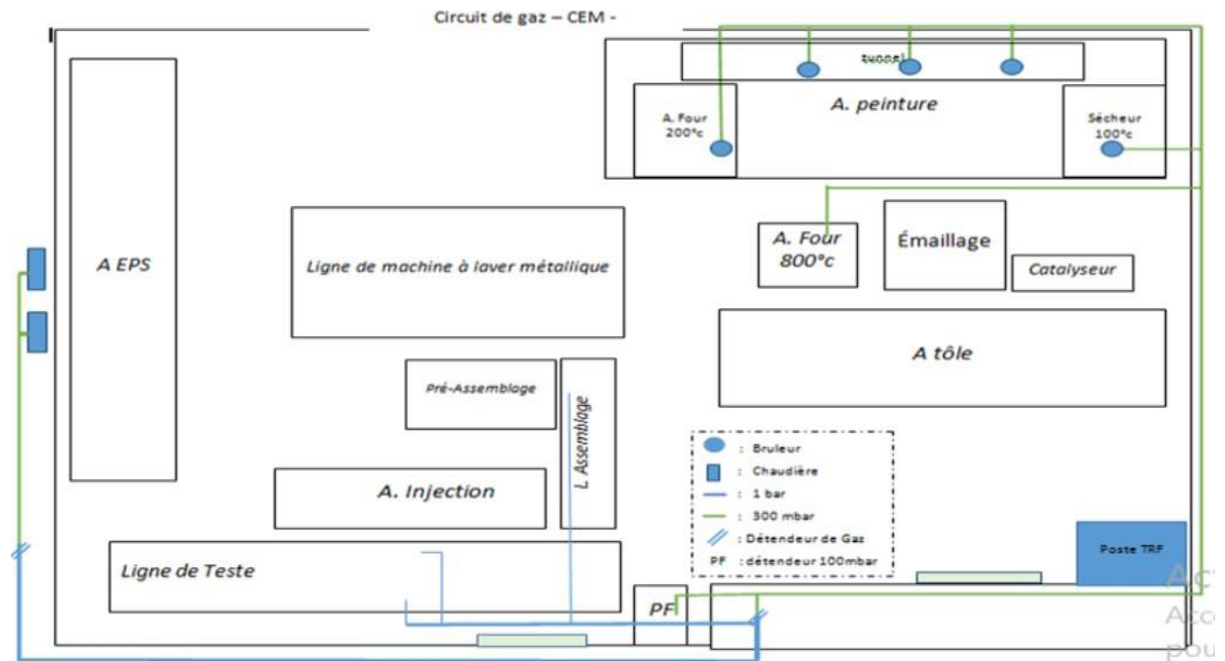


Figure 15: Activités de la société Iris

CLASSEMENT ET CONFORMITE DE L'ETABLISSEMENT

L'établissement est classé et se conforme à la réglementation en vigueur. Conformément au décret exécutif n° 07-144 établissant la nomenclature des installations classées pour la protection de l'environnement, cette unité est équipée de plusieurs installations classées mentionnées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 1: Classification de l'établissement

Identification de l'installation	Rubrique	Autorisation
Entrepôt de stockage des produits combustibles	1612	APAPC
Atelier de travail mécanique de la tôle	2530	APAPC
Transformation de plastique (principe d'injection de polystyrène)	2222	AW
Transformation de plastique (Fabrication des emballages)	2622	AW

<i>Stockage de matière première et produits finis</i>	2623	APAPC
<i>Atelier de peinture</i>	2922	D
	2529	AW
<i>Nettoyage avant peinture</i>	2535	APAPC
<i>Station de traitement</i>	2710	APAPC

Selon le décret 06-198 relatif à la réglementation applicable aux installations pour la protection de l'environnement, l'unité est classée comme un établissement de deuxième catégorie. Il est impératif de régulariser la situation administrative de cet établissement conformément à la réglementation applicable aux établissements classés. Voici les éléments dont dispose cette EURL (Entreprise Unipersonnelle à Responsabilité Limitée) :

- ☐ Une autorisation d'exploitation est en cours de réalisation, ce qui indique que le processus d'obtention d'une autorisation officielle pour exercer son activité est en cours. Cependant, cette autorisation n'est pas encore finalisée.
- ☐ L'EURL dispose d'un délégué pour l'environnement (HSE), ce qui suggère qu'il y a une personne désignée dans l'entreprise chargée des questions liées à la santé, à la sécurité et à l'environnement.
- ☐ Elle possède un système de management environnemental certifié ISO 14001. Cela indique que l'entreprise a mis en place des processus et des pratiques visant à gérer et à améliorer ses performances environnementales.
- ☐ Cependant, l'EURL ne dispose pas du contrat de performance environnementale nationale et internationale, ce qui implique qu'il n'a pas encore établi d'accord ou d'engagement spécifique en matière de performances environnementales au niveau national et international. [1]

Chapitre II : Traitement des surfaces métalliques

Chapitre 2 : Traitement des surfaces métallique

INTRODUCTION

Cette revue bibliographique a pour objectif d'apporter les prérequis scientifiques permettant d'aborder la problématique posée par le sujet du mémoire.

La première partie, présente des notions générales sur les différents types de traitements de surface

La deuxième partie expose des rappels sur deux principaux modes de traitements de surface largement utilisé dans l'industrie en citant leurs caractéristiques, applications, mécanisme et leurs différents types. Ces rappels sont essentiellement puisés par des références bibliographiques.

TYPES DE TRAITEMENTS DE SURFACE

Les traitements de surface représentent un apport d'épaisseur relativement faible, dépassant rarement le millimètre, pouvant même n'être que de quelques nanomètres. Ils ont pour objectif de modifier l'apparence d'une surface, ses propriétés physiques et/ou chimiques, afin d'améliorer la résistance à la corrosion, à l'usure, à l'oxydation, ainsi qu'à favoriser la soudabilité et la conductibilité électrique, à modifier les propriétés optiques, à assurer un effet de barrière thermique ou d'isolation aux rayonnements ou encore à préparer l'application d'un revêtement.

Les traitements de surface incluent les préparations de surface par voie chimique (dégraissage, lavage) et par voie mécanique (grenaillage, corindonage, sablage), les dépôts, revêtements et finitions. [1]

Thermolaquage

Autrement nommé « revêtement par poudrage », le thermolaquage est principalement utilisé dans le domaine de l'industrie pour revêtir et protéger les surfaces métalliques. La technique consiste à appliquer une résine en poudre thermoplastique, à caractère non polluant, sur les éléments métalliques à travailler. L'application de la poudre se fait par projection à l'aide d'un pistolet dédié. La poudre adhère temporairement sur la pièce et se colle définitivement lors de la fusion provoquée par la cuisson au four.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Le choix d'utiliser de cette technique est surtout motivé par le caractère environnemental, économique, hygiénique et sécuritaire du produit. [2]

Galvanoplastie

La technique consiste à mettre un mince revêtement métallique sur le substrat. Le processus fait passer un courant électrique chargé positivement à travers une solution contenant des ions métalliques dissous et un courant électrique chargé négativement à travers la pièce métallique à plaquer. Les métaux communs utilisés pour la galvanoplastie sont le cadmium, le chrome, le cuivre, l'or, le nickel, l'argent, l'étain et le zinc. Presque tous les métaux qui conduisent l'électricité peuvent être galvanisés pour améliorer leur performance. [3]

Traitement chimique

Cette méthode implique des processus qui créent des minces films de sulfure et d'oxyde au moyen d'une réaction chimique. Les utilisations typiques concernent la coloration du métal, la protection contre la corrosion et l'apprêt des surfaces à peindre. L'oxyde noir est un traitement de surface très courant pour les pièces en acier et la « passivation » est utilisée pour éliminer le fer libre de la surface des pièces en acier inoxydable. [4]

Oxydation anodique

Ce type de traitement de surface est généralement utilisé pour les métaux légers tels que l'aluminium et le titane. Ces films d'oxyde sont formés par électrolyse et, comme ils sont poreux, les agents de coloration sont fréquemment spécifiés pour un aspect esthétique amélioré. L'anodisation est un traitement de surface très répandu qui empêche la corrosion des pièces en aluminium. [5]

Trempe à chaud

Ce procédé nécessite de tremper la pièce dans de l'étain, du plomb, du zinc, de l'aluminium ou de la brasure dissous pour former un film métallique de surface. La galvanisation à chaud est le processus d'immersion de l'acier dans un récipient contenant du zinc en fusion. Utilisés pour la résistance à la corrosion dans des environnements extrêmes, les garde-corps sur les routes sont généralement traités avec ce traitement de surface. [6]

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Traitements de conversion

Les traitements de conversion produisent une couche chimique entre le substrat et un réactif. Cette conversion est obtenue par réaction chimique ou par action électrochimique.

La voie chimique comprend les phosphatations et passivations. La voie électrochimique comprend les oxydations anodiques des alliages d'aluminium et de titane, notamment. La voie thermochimique appliquée pour les nitrurations et nitrocarburations des aciers et des fontes, s'apparente aux traitements de conversion par la création des couches de combinaison de nitrures ou carbonitrures de fer à caractère céramique. [7]

Traitements thermochimiques

Les traitements thermochimiques de diffusion ou cémentations peuvent être classés parmi les traitements de surface, tout en faisant partie des traitements thermiques superficiels. Ils concernent les diffusions de métaux (cémentation par le chrome, par le zinc, par l'aluminium...), également assimilables aux CVD.

La diffusion de non-métaux ou métalloïdes (carbonituration, nitruration, nitrocarburation...) comprend des procédés par voie liquide (bains de sels), par voie gazeuse (atmosphère), en milieu raréfié (basse pression), assistés au plasma (ionique), par application de pâtes (slurry coating), par voie solide, en lit fluidisé. [7]

Traitements par transformation structurale

Les traitements par transformation structurale se déclinent en traitements de durcissement par trempe après chauffage superficiel. Le chauffage est effectué à la flamme, par induction ou par faisceau haute énergie (laser, faisceau d'électron) - Ils font également partie des traitements thermiques superficiels : opérations de refusions (soudage à l'arc des fontes grises ou refusion laser de différents alliages), traitements mécaniques destinés à développer des contraintes de compression et de l'écrouissage, grenaillage de précontrainte, choc laser, galetage. Les opérations d'amélioration des états de surface ou tribofinitions se classent également dans cette catégorie.

Certains de ces traitements font l'objet de co-déposition ou de co-réalisation appelés traitements multiplex ou composites, comme les duplex (traitement thermochimique plus revêtement PVD) ou ion-mixing (dépôt plus implantation d'ions), ou encore les multicouches (macro, micro, nanocouches). [8]

NOTION DE COUCHE MINCE

En principe, une couche mince d'un matériau est une portion de ce matériau dont l'épaisseur a été considérablement réduite, se mesurant en nanomètres. Cette dimension réduite entre les deux surfaces limite crée une quasi-bidimensionnalité qui entraîne des perturbations dans la plupart des propriétés physiques.

La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et à l'état de couches minces réside dans le fait que, dans l'état massif, on néglige généralement le rôle des limites (les surfaces) dans les propriétés, tandis que dans une couche mince, ce sont les effets liés aux surfaces limites qui prédominent. Il est évident que plus l'épaisseur de la couche mince est faible, plus l'effet de bidimensionnalité est prononcé. À l'inverse, lorsque l'épaisseur d'une couche mince dépasse un certain seuil, l'effet d'épaisseur devient négligeable et le matériau retrouve les propriétés bien connues du matériau à l'état massif [6].

La deuxième caractéristique essentielle d'une couche mince est qu'elle est toujours solidement attachée à un substrat sur lequel elle est construite, indépendamment de la méthode de fabrication utilisée. Par conséquent, il est impératif de prendre en compte ce fait majeur lors de la conception, car le support influence considérablement les propriétés structurales de la couche mince. Ainsi, une couche mince du même matériau et de même épaisseur peut présenter des propriétés physiques différentes en fonction du substrat sur lequel elle est déposée, que ce soit un substrat isolant amorphe tel que le verre ou un substrat monocristallin tel que le silicium, par exemple.

Ces deux caractéristiques essentielles d'une couche mince entraînent la conséquence suivante : une couche mince est anisotrope par nature [9].

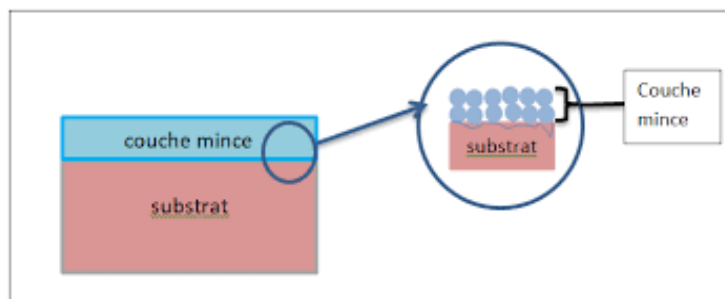


Figure 16: Schéma d'une couche mince déposée sur un substrat.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Une couche mince de même matériau et de même épaisseur peut avoir des propriétés physiques différentes selon qu'elle est déposée sur un substrat isolant amorphe tel que du verre, ou sur une tranche de silicium monocristallin par exemple. Par conséquent, le film est structurellement anisotrope [10].

Principe de dépôt de couches minces

La modification de la surface du substrat permet d'associer les propriétés du matériau de cœur (ou substrat) à celles du matériau de surface : ce dernier peut être issu directement du substrat dans le cas d'un traitement de surface, ou il peut être un revêtement de surface du matériau. La modification de la surface du substrat est pour apporter une ou plusieurs propriétés physico-chimiques complémentaires de ces derniers (résistance à la corrosion, isolation électrique...) [11].

Lors du dépôt d'un matériau sur une surface solide (substrat), il est nécessaire d'assurer un contact étroit entre les particules du matériau et le substrat. L'adhérence entre le matériau et le substrat se produit grâce à des forces telles que les forces de Van der Waals ou les forces chimiques. Ces forces sont responsables de l'attraction entre les atomes ou les molécules du matériau et ceux du substrat [10].

Milieu acide

Dans le processus de formation d'une couche hachée, le substrat est en contact avec le matériau solide, mais seules les particules qui diffusent du solide vers le substrat forment effectivement la couche. Il est souvent difficile d'obtenir des films hachés par simple contact entre solides en raison des défis liés à la diffusion des espèces chimiques requises.

Par exemple, la formation d'une couche hachée de dioxyde de silicium (SiO_2) sur un substrat de silicium implique la diffusion de l'oxygène dans le matériau de silicium.

2.3.1 .2. Milieu liquide

Dans le premier cas où les particules diffusent du solide vers le substrat, il existe plusieurs méthodes de dépôt de couches minces qui sont plus facilement utilisables. Ces méthodes comprennent l'épitaxie en phase liquide, les techniques électrochimiques et le procédé sol-gel. Dans ces approches, le matériau est plus polyvalent dans son état de diffusion, ce qui facilite le dépôt de couches minces de manière contrôlée et uniforme sur le substrat.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

2.3.1.3. Milieu gaz ou vide

Lors du dépôt par dépôt chimique en phase vapeur (CVD), la différence entre le milieu gazeux et le vide réside dans le libre parcours moyen des particules. Dans un milieu gazeux, les particules se déplacent plus librement et peuvent interagir avec d'autres espèces présentes, tandis que dans le vide, le libre parcours est moyen plus élevé, ce qui réduit les interactions avec d'autres particules.

Il n'existe pas de méthode standard de dépôt de couche mince qui pourrait être utilisée dans toutes les situations. La préparation du substrat revêt souvent une grande importance dans les dépôts de couches hachées, car elle permet d'obtenir une bonne adhésion entre la couche hachée et le substrat.

Techniques de dépôt de couches minces

Le dépôt de couches minces peut être réalisé à l'aide de deux techniques principales : le processus chimique et le processus physique. Le choix de la technique appropriée dépend principalement de l'application requise et des propriétés requises pour les couches à déposer [8].

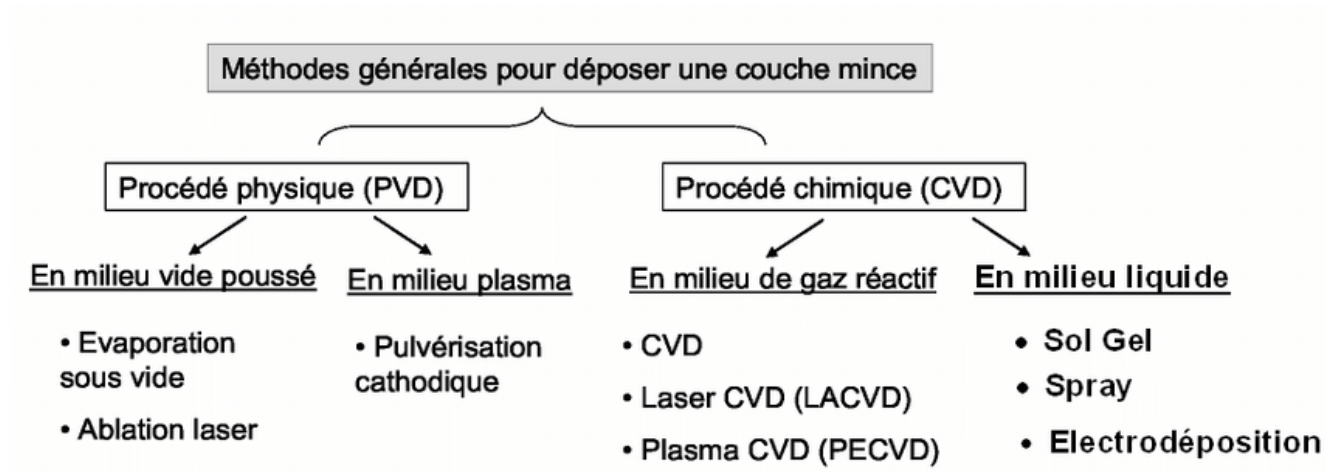


Figure 17: Principaux procédés de dépôt de couches minces

Dépôt physique (PVD)

Le dépôt physique en phase vapeur (dépôt physique en phase vapeur, appelé PVD) est le processus qui consiste à déposer le matériau revêtu sur la surface des pièces par des méthodes physiques dans des conditions de vide. Pendant le processus PVD, la température

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

de chauffage de la pièce est généralement inférieure à 600 °C, ce qui est d'une grande importance pour l'utilisation d'acier rapide, d'acier allié pour moules et d'autres moules en acier [4].

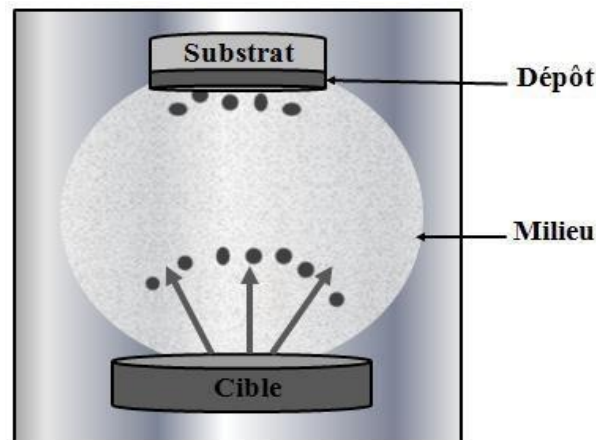


Figure 18: Dépôt physique en phase vapeur.

a. En milieu vide poussé

❑ *Evaporation sous vide*

L'évaporation du matériau peut être réalisée par effet Joule, par induction thermique, par bombardement ionique ou électronique ou par faisceau laser.

Le dépôt est effectué sous vide poussé pour conférer une grande pureté aux couches. Plus la pression est faible, plus la trajectoire des particules vaporisées est rectiligne. Dans ce cas, seule la partie du substrat directement tournée vers la source sera recouverte.

Cette technique nécessite l'utilisation d'une puissance suffisante pour mettre en vapeur les composés les plus réfractaires. De plus, les particules qui se détachent de la source ont une énergie plus faible, ce qui entraîne une moins bonne adhérence.

Dans l'industrie, la technologie de l'évaporation est largement utilisée dans l'optique (filtres, paraboloïdes de phares, etc.), la décoration et les tôles de revêtement (boîtiers, condensateurs, etc.) [12].

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

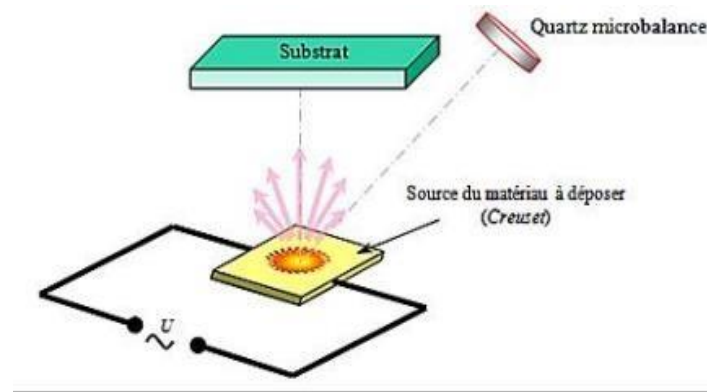


Figure 19: Principe de l'évaporation thermique

❑ **Déposition par ablation laser (PLD: Pulsed Laser Deposition)**

Il commence par focaliser une lumière laser pulsée sur une cible de matériau à ablater. Le matériau ainsi pulvérisé est ensuite déposé sur le substrat opposé. De nombreux paramètres peuvent modifier le procédé : température du substrat, assistance plasma, pression ambiante (vide ou pression partielle), conditions de focalisation du laser, etc.. [7].

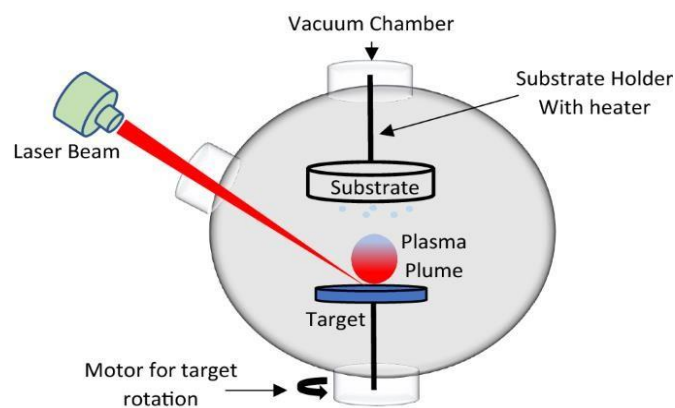


Figure 20: Schéma conventionnel d'un système d'ablation laser

b. En milieu plasma

❑ **Evaporation par pulvérisation cathodique**

La pulvérisation cathodique est un processus de dépôt sous vide, se passe à froid dans un gaz maintenu à pression réduite dans un plasma incandescent, qui consiste à bombarder une cible avec des ions (comme l'argon), à arracher les ions de la cible et à les déposer sur substrat [8].

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

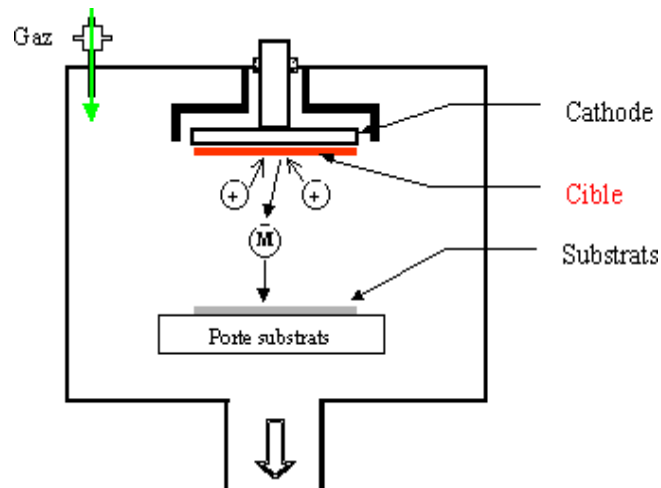


Figure 21: Principe de la pulvérisation cathodique

1.4.2. Dépôt chimique (CVD)

Le procédé de dépôt chimique en phase vapeur consiste à mettre en contact des composés volatils du matériau à déposer avec un autre gaz au voisinage de la surface à revêtir ou avec la surface elle-même. Une ou plusieurs réactions chimiques sont alors provoquées pour produire au moins un produit solide. Les autres produits de réaction doivent être gazeux pour être évacués du réacteur. Les dépôts se font à pression variable, mais un apport d'énergie est systématiquement nécessaire pour faciliter ces réactions. La réaction est activée par la température du substrat, qui doit être chauffé à une température pertinente pour le matériau déposé [13].

a. En milieu de gaz réactif

❑ Dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (LPCVD)

Cette technique consiste en un dépôt chimique en phase vapeur à basse pression. Ce dépôt est typiquement réalisé dans un four à parois chaudes à des températures autour de 500 à 600°C. Le gaz injecté réagit et synthétise le matériau à déposer. Le dépôt est du silicium polycristallin (ou polysilicium) dopé au phosphore. Lorsqu'un matériau est dopé lors de sa fabrication il est dit dopé [13].

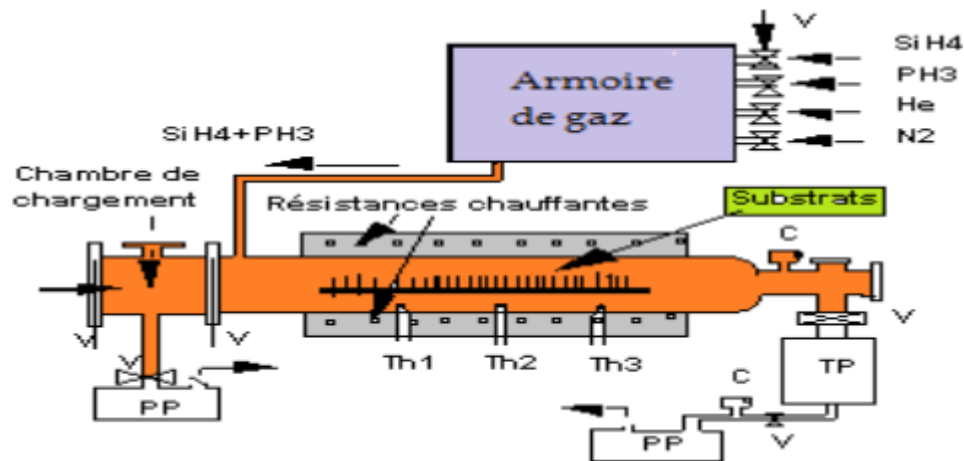


Figure 22: Dispositif expérimental de LPCVD

❑ Dépôt chimique en phase vapeur assistés plasma (PECVD)

Le dépôt PECVD repose sur la création d'un plasma à basse température, grâce à l'apport d'énergie électromagnétique, généralement par une source radiofréquence. Cette approche permet d'éviter les hautes températures qui pourraient entraîner une redistribution des dopants et d'autres effets indésirables. Afin d'améliorer la qualité des couches déposées, il est nécessaire de chauffer les substrats de manière légère, avec une température inférieure à 200°C. [8]

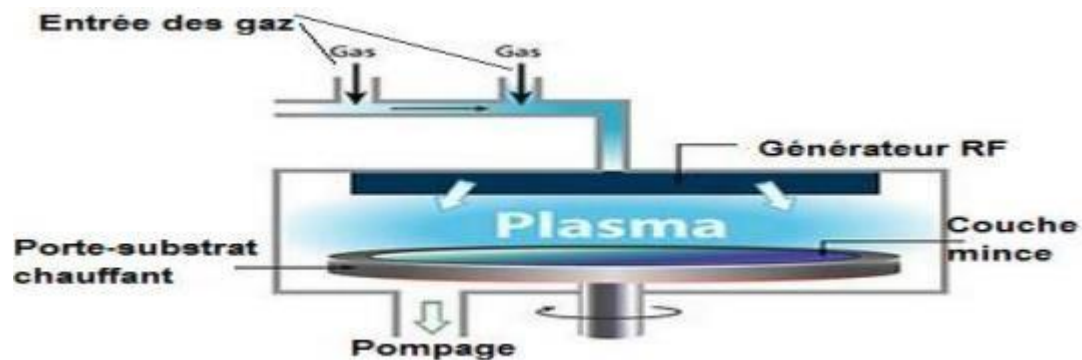


Figure 23: Dispositif expérimental de PECVD

b. En milieu liquide

❑ Dépôt par sol-gel

La technologie sol-gel est un procédé de production de matériaux capables de synthétiser des verres, des céramiques et des composés organo-minéraux hybrides à partir de précurseurs en solution.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Il permet de produire des couches minces constituées d'empilements de nanoparticules d'oxydes métalliques dans des conditions chimiques dites douces. Le processus se déroule à des températures beaucoup plus basses que les voies de synthèse traditionnelles [9].

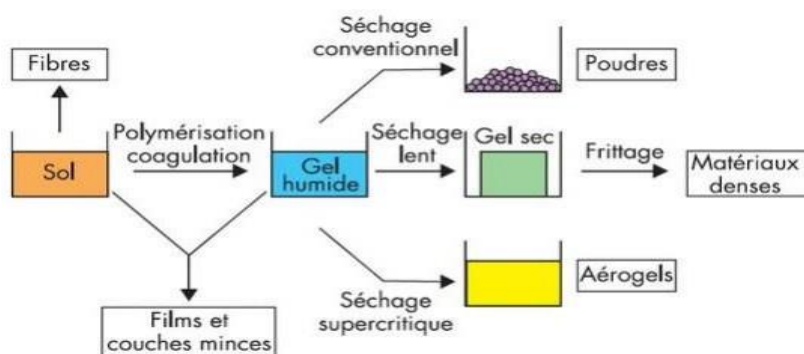


Figure 24:Schéma de Principe de la méthode Sol-Gel.

❑ Dépôt par spray-pyrolyse

Le processus implique la pulvérisation d'une solution contenant les constituants du matériau à déposer, soit par un système pneumatique classique ou par un atomiseur à ultrasons. Cette pulvérisation permet de créer un jet de gouttelettes très fines, avec un diamètre de quelques dizaines de micromètres. Ce jet est dirigé vers la surface des substrats chauffés à une température adéquate, permettant la décomposition des composants dissous dans la solution et l'activation des réactions nécessaires pour l'ancien matériau souhaité. À ces températures, les éléments volatils issus des réactions s'évaporeront immédiatement, entraînant uniquement le composé à déposer sur le substrat [14].

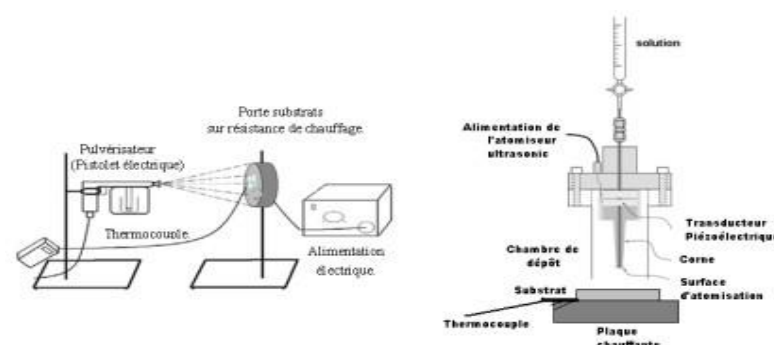


Figure 25:Montage expérimental du spray pyrolyse

❑ Dépôt par électrodéposition

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Cette méthode électrochimique est généralement réalisée à l'aide de bains de galvanoplastie conventionnels. Dans la plupart des cas, l'électrolyseur est l'élément clé de la batterie. Il contient des sels métalliques appropriés (sulfates, chlorures ou autres sels). Le substrat (électrode de travail) sur lequel le dépôt doit avoir lieu constitue la cathode. Composants électrolytiques, l'électrolyte contient des ions métalliques Mn^{+} chargés positivement. La polarisation des électrodes entraînera la migration de ces ions vers la cathode (c'est-à-dire le substrat). Les ions métalliques sont neutralisés par les électrons apportés par la cathode et déposés dessus sous forme de métal M après la réaction ($Mn^{+} + ne^{-} \rightarrow M$) [4].

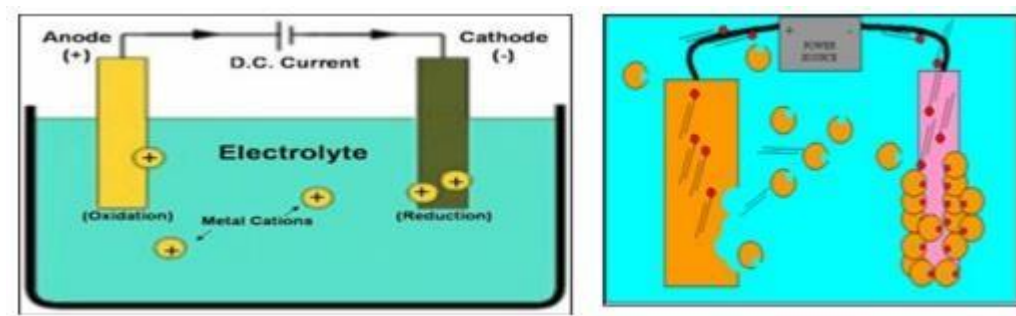


Figure 26: Montage expérimental de l'électrodéposition

Applications des couches minces

L'adoption de technologies de fabrication de couches minces a engendré une multitude d'applications dans des domaines extrêmement variés [8].

Dans le domaine de la chimie

Les revêtements de surface sont principalement utilisés pour améliorer la résistance à la corrosion en appliquant un film hermétique.

Dans le domaine de la mécanique

L'utilisation de revêtements composés de matériaux plus résistants appliqués sur les outils de coupe a entraîné une augmentation des vitesses de coupe. Cette avancée a considérablement amélioré l'efficacité et la productivité des processus d'usinage.

Electronique

Grâce à l'utilisation de couches conductrices ou isolantes de plus en plus minces, la microélectronique a connu un développement notable à partir des années 1960. Ces

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

avancées dans l'application de couches de faible épaisseur ont permis la création et l'amélioration des composants électroniques

Dans le domaine thermique

L'application d'une couche barrière thermique (CBT) permet de réduire la température de surface du métal des ailettes des réacteurs, ce qui améliore les performances de ces derniers.

Dans le domaine de l'optique

Les couches minces ont été utilisées pour développer des capteurs de rayonnements plus performants, tout en conservant des applications esthétiques. Ces couches optiques ont la capacité de manipuler la transmission, la réflexion et l'absorption de la lumière de manière sélective.

PHOSPHATATION

La phosphatation est un procédé de traitement de surface largement utilisé pour améliorer l'adhérence de la peinture et assurer une protection contre la corrosion, principalement sur les surfaces en acier. Ce traitement repose sur la formation de liaisons chimiques entre les phosphates et le métal, créant ainsi une couche de phosphate. Cette couche de phosphate joue un rôle essentiel en agissant comme une barrière cinétique non conductrice, qui protège le métal de la corrosion.

Selon les recherches [15], la forte adhérence est le résultat de la formation de liaisons primaires P-O-C à l'interface entre le revêtement polymère et le phosphate, ainsi que de complexes P=O/Fe aux interfaces entre le phosphate et l'acier. De plus, la protection contre la corrosion est assurée par la non-conductivité et la barrière cinétique offertes par la couche de phosphate, en plus de la forte liaison avec le revêtement de peinture protecteur, comme le souligne [16]

Les revêtements au phosphate de zinc sont largement utilisés sur diverses surfaces, telles que l'acier, le zinc, l'aluminium, et parfois le cadmium, l'étain et le magnésium. Selon [17], les traitements au phosphate peuvent fournir une protection contre la corrosion en combinaison avec une amélioration de l'adhérence, voire même une isolation électrique, en fonction des besoins spécifiques de conception [6]

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Mécanisme classique de phosphatation

De nombreuses recherches ont été menées sur les procédés de phosphatation. Les mécanismes conduisant à la formation de couches minérales protectrices sont maintenant relativement bien compris. Un bain fraîchement préparé est constitué d'acide phosphorique, d'un phosphate acide métallique, généralement du dihydrogénophosphate de zinc, et d'un accélérateur. La concentration totale des différents produits est suffisamment faible pour obtenir une bonne ionisation du bain. L'ajout d'accélérateurs, principalement des oxydants minéraux, peut réduire considérablement le temps de réaction [18]

Les métaux placés dans des bains de phosphatation, qui sont généralement réglés à des températures comprises entre 40°C et 100°C, sont particulièrement attaqués par les constituants acides du bain. Notamment l'acide phosphorique libre.

Malgré la complexité du mécanisme de phosphatation, plusieurs auteurs [18] ont tenté d'expliquer la réaction et ont montré l'existence de trois phénomènes fondamentaux.

1. L'attaque initiale du métal par l'acide libre présenté dans le bain.
2. Le comportement des accélérateurs oxydants vis-à-vis du métal en cours d'attaque.
3. La germination des premiers cristaux et la croissance de la couche de phosphate.

Types de phosphatations

Il existe deux types de phosphatation

- ☐ La phosphatation amorphe
- ☐ La phosphatation cristalline

Ces deux types se font soit par immersion ou bien par aspersion. Les deux processus ont leurs propres caractéristiques, et les utilisateurs adoptent l'un ou l'autre, et parfois les deux à la fois.

Phosphatation cristalline

Les phosphatations cristallines sont destinées aux industries automobile, sidérurgie, aéronautique, électroménager, etc. ; dans des applications diverses telles que:

- ☐ Préparation avant peinture
- ☐ Protection avant finition huileuse ou sèche
- ☐ Déformation à froid des métaux
- ☐ Amélioration des coefficients de friction

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Les principales phosphatations cristallines sont à base de Zinc ou de Manganèse. La conversion au phosphate de Zinc assure une grande résistance contre la corrosion et forme une base idéale pour les opérations ultérieures de revêtement ou de peinture. Les phosphatations Manganèse sont destinées à former sur des surfaces en acier ou en fonte des revêtements de phosphates mixtes Mn/Fe homogènes à structure plus ou moins fine selon le type d'additif affineur, dans le but d'améliorer les propriétés anti-frottements de ces surfaces [5].

Phosphatation amorphe

Lorsque ce type de phosphatation est apparu pour la première fois, on l'appelait dégraissage-passivation, puis dégraissage-phosphatation, et plus récemment phosphatation au fer amorphe par opposition à la phosphatation cristalline au zinc.

Elle vise uniquement à l'application de revêtements organiques, elle est encore largement utilisée en raison de sa facilité d'application et de son faible coût de fabrication

Le mécanisme de phosphatation passivation diffère du mécanisme de la phosphatation cristalline.

Une couche passive d'oxyde de fer (FeO_2 , qui peut contenir Fe_2O_3) est temporairement formée et convertie en phosphate à la suite de la réaction suivante :



La génération d'ions OH^- nécessite l'ajout de modificateurs contenant de l'acide orthophosphorique ou des acides organiques pour stabiliser le pH du bain [4].

Classification des revêtements de phosphate

Les types de revêtements de phosphate les plus largement utilisés dans l'industrie sont présentés ci-dessous, classés par ordre croissant de poids (en mg/ft^2 de surface) [19] .

- ☐ Phosphatation du fer.
- ☐ Phosphatation du zinc (zinc microcristallin).
- ☐ Phosphatation du zinc lourd (zinc cristallin).
- ☐ Phosphatation du manganèse.
- ☐ Phosphatation du fer.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Caractéristiques de phosphatation

Parmi les principales caractéristiques de ce traitement, on peut noter [19] :

- ☐ Il forme une fine couche amorphe.
- ☐ Le poids du revêtement varie de 30 à 90 mg/ft².
- ☐ Il est principalement composé d'oxyde de fer et de petites quantités de phosphate de fer.
- ☐ Il offre une excellente adhérence à la peinture.
- ☐ Il présente une bonne flexibilité.
- ☐ Il présente une résistance à la corrosion relativement faible par lui-même, mais une bonne résistance lorsqu'il est associé à un traitement de peinture.
- ☐ Le coût du revêtement est abordable et il génère peu de précipités en solution.
- ☐ Ce traitement est utilisé lorsque la priorité est l'économie et que la résistance à la corrosion n'est pas la principale préoccupation

Types de conversions de bain de phosphatation et leurs utilisations spécifiques

Tout bain va se transformer superficiellement en milieu soit plus ou moins acide, le matériau alors peut être phosphaté :

-  Soit en une couche amorphe (épaisseur < μm) par le procédé de « dégraissage-phosphatation ».
-  Soit en une couche de cristallisation du phosphate. La plus grande couche peut changer entre 2 et 15 microns, tandis que la couche sédimentaire varie de 1,5 à 40 g/m².

Ces différentes conversions seront utilisées comme base:

-  Soit la peinture (couche mince)
-  Soit à une finition grasse (couches épaisses)
-  Soit appliquer un lubrifiant pour la déformation à froid, soit Anti-chute (phosphate de manganèse) ou utilisé comme couche isolante (Par exemple, isolation électrique)

Traitement chimique des surfaces métallique au niveau de IRIS

Avant le traitement, le nettoyage de surface est une étape importante pour éliminer les contaminants présents à la surface de la pièce. Donc il faut supprimer tout corps étranger résultant de la fabrication, de transport ou de stockage. Ces contaminants peuvent être divisés en deux catégories :

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

- ☐ La graisse éliminée lors de dégraissage.
- ☐ Les oxydes éliminés lors du décapage.

Dégraissage

Le dégraissage implique la mise en œuvre d'une méthode spécifique pour éliminer les contaminants graisseux de la surface des pièces. Cette étape est cruciale pour assurer l'efficacité du processus de dégraissage et obtenir des résultats satisfaisants.

Paramètres influençant le dégraissage

Dans cette partie, plusieurs paramètres peuvent être étudiés et optimisés, tels que :

☐ ***Choix du solvant/détergent***

Il est important de sélectionner le solvant ou le détergent approprié en fonction du type de graisse à éliminer et de la nature de la pièce. Différents solvants ou détergents peuvent être testés pour déterminer le plus efficace en termes de dégraissage.

☐ ***Concentration et température***

Ils peuvent influencer l'efficacité du processus. Des expérimentations peuvent être menées pour déterminer la concentration optimale et la température idéale pour obtenir les meilleurs résultats de dégraissage.

☐ ***Méthode d'application***

Différentes méthodes d'application peuvent être évaluées, telles que le trempage, la pulvérisation, le brossage, etc. Chaque méthode peut avoir un effet différent sur l'élimination des graisses, et il convient de trouver celle qui convient le mieux à la pièce et au solvant/détergent utilisé.

☐ ***Durée du dégraissage***

La durée pendant laquelle la pièce est exposée au solvant/détergent peut également être optimisée. Des tests peuvent être effectués en variant la durée du dégraissage pour déterminer la période optimale nécessaire pour obtenir un nettoyage efficace sans endommager la pièce.

☐ ***Analyse de la surface***

Une évaluation de la propreté de la surface peut être réalisée à l'aide de techniques d'analyse appropriées, telles que la mesure de l'angle de contact, la spectrométrie infrarouge à

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

transformée de Fourier (FTIR) ou la microscopie optique. Ces analyses permettent de vérifier l'efficacité du dégraissage et d'ajuster les paramètres si nécessaire.

Types de dégraissant

Il y a deux types de dégraissant

☐ **Dégraissage chimique**

Il est fréquemment utilisé, mais pour être efficace, il doit être parfaitement adapté au matériau à dégraisser, car il nettoie non seulement la surface mais la conditionne également pour un traitement ultérieur. Les produits dégraissants couramment utilisés peuvent être divisés en deux catégories : D'une part, les dégraissants à base de solvants organiques (trichloréthylène, perchloréthylène).

D'autre part, des solutions alcalines (soude, carbonate de soude, etc.) avec un pH de 7 à 14, en revanche, éliminent les salissures (graisses animales saponifiables) par un processus plus complexe.

De plus, dans le cas de l'aluminium et de ses alliages, ainsi que du zinc, Certains produits permettent également un certain degré de désoxydation du matériau.

Cependant, attaquer à ce niveau n'est pas recommandé pour deux raisons :

- ☐ Formation d'hétérogénéités de surface dues à une lubrification irrégulière.
- ☐ Libération de tensioactifs par accumulation de cations (aluminium, zinc, etc.) dans le bain.

☐ **Dégraissage électrolytique**

C'est une méthode qui utilise un courant électrique pour éliminer les contaminants gras des surfaces des pièces. Dans cette méthode, les pièces sont placées dans une solution électrolytique contenant des agents dégraissants. Un courant électrique est appliqué, créant ainsi une réaction électrochimique qui dissout les graisses et les contaminants de la surface des pièces.

Les conditions du dégraissage électrolytique peuvent varier en fonction du type de pièce et des contaminants à éliminer. Certaines conditions couramment contrôlées comprennent la concentration de l'électrolyte, la température de la solution, la densité du courant électrique, la durée du traitement et l'agitation de la solution. Ces

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

paramètres sont ajustés afin d'optimiser l'efficacité du dégraissage tout en évitant toute détérioration ou dommage des pièces.

Tableau 2: Contrôle sur le bain de dégraissage

Paramètres		valeur
Physique	T	45°C – 55°C
	P	1 bar
Chimique	pH	≥ 10
	Conductivité (μS)	eau adoucie < 1000
	Alcalinité libre (mL)	7,2

Première rinçage

Le premier rinçage c'est pour le processus de dégraissage, consiste à utiliser de l'eau adoucie sans la présence de Ca^{2+} et Mg^{2+} . Cette eau adoucie a une conductivité de 1400 $\mu\text{S}/\text{cm}$. De plus, un débordement de 3,4 L par mètre carré de la tôle traitée est appliqué lors de ce rinçage.

❑ *L'utilisation d'eau adoucie*

Permet d'éviter tout dépôt indésirable sur la surface de la pièce après le dégraissage. La conductivité de l'eau est maintenue à un niveau spécifique pour assurer des conditions de rinçage appropriées.

❑ *Le débordement de 3,4 L/m²*

Garantit un rinçage suffisant et uniforme de la Solution de dégraissage de la surface de la tôle. Cela permet d'éliminer les résidus de dégraissage et de préparer la pièce pour les étapes de traitement ultérieures.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Tableau 3:Contrôle sur le bain de rinçage

Paramètres		valeur
Physique	T	ambiante
	P	1 bar
Chimique	pH	< 10
	Conductivité (µs)	eau adoucie < 1000
	Alcalinité libre (mL)	4,8

Affineur

L'affineur est un équipement utilisé dans le processus de dégraissage pour éliminer les dernières traces de contaminants et améliorer la propreté de la surface traitée. Les conditions de travail de l'affineur peuvent varier en fonction des besoins spécifiques du processus de dégraissage, mais voici quelques paramètres couramment considérés :

❑ *Température*

La température de fonctionnement de l'affineur peut être réglée en fonction de la nature des contaminants à éliminer et des propriétés des produits chimiques utilisés. Des températures plus élevées peuvent accélérer le processus de nettoyage, mais il est essentiel de respecter les limites de température recommandées pour éviter tout effet indésirable sur la pièce.

❑ *Durée du traitement*

La durée pendant laquelle la pièce est exposée à l'affineur dépend de la quantité et de la nature des contaminants à éliminer. Il est important de trouver un équilibre entre une durée suffisante pour un nettoyage efficace et une durée excessive qui pourrait endommager la surface de la pièce.

❑ *Composition de la solution d'affinage*

La solution utilisée dans l'affineur peut contenir des agents nettoyants spécifiques, tels que des tensioactifs ou des agents chélatants, qui aident à éliminer les contaminants restants.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

La concentration et la formulation de la solution peuvent varier en fonction des exigences du processus de dégraissage.

□ Agitation

L'agitation de la solution d'affinage peut être réalisée par des moyens mécaniques, tels que des agitateurs ou des ultrasons, pour améliorer l'efficacité du nettoyage en favorisant le mouvement des particules et en augmentant la diffusion des agents nettoyants.

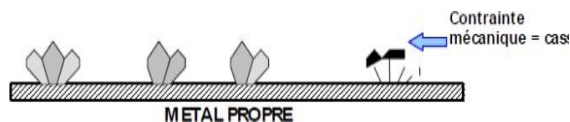


Figure 27: la tôle sans affineur

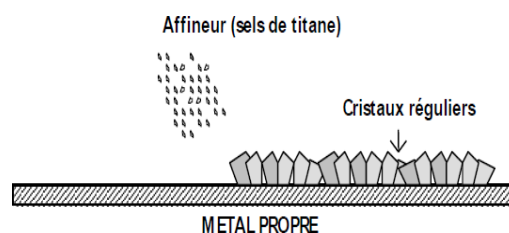


Figure 28: la tôle avec affineur

Tableau 4: Contrôles sur le bain d'affineur

Paramètres		valeur
Physique	T	1°C
	P	/
Chimique	pH	$8,5 < pH < 10$
	Conductivité (μs)	eau adoucie ≤ 50
	Alcalinité libre (g/l)	/

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Phosphatation

Principales réactions de phosphatation

Une couche d'oxyde de fer se forme temporairement puis se transforme en phosphate selon la réaction suivante :



L'apparition d'ions OH explique la neutralisation progressive de la solution par la formation de HPO_4^{2-} . Par conséquent, le pH doit être stabilisé avec des modificateurs à base d'acide orthophosphorique ou d'acides organiques pour maintenir l'efficacité du bain. En d'autres termes, on doit compenser l'acide qu'on consomme.

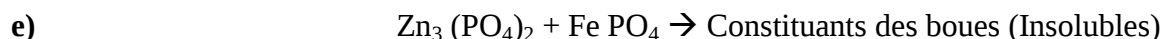
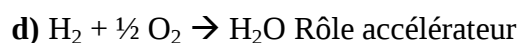
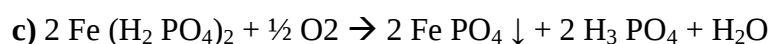
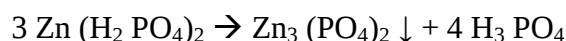
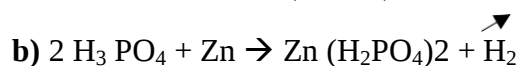
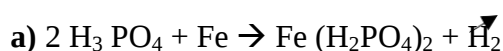


Tableau 5: Contrôles sur le bain de phosphatation

Paramètres		valeur
Physique	T	45°C – 55 °C
	P	1 bar
Chimique	pH	$pH > 3$
	Conductivité (µs)	eau adoucie ≤ 51
	Acidité totale (mL)	25-30
	Acidité libre (mL)	0,5 - 1
	accélérateurs (mL)	2-3

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Deuxième rinçage

Le deuxième rinçage est effectué en utilisant de l'eau osmosée, également appelée eau déminéralisée. Cette eau a une conductivité inférieure à 150 $\mu\text{S}/\text{cm}$, ce qui signifie qu'elle contient très peu de minéraux dissous. Elle est utilisée pour éliminer les résidus de la solution précédente et préparer la surface pour les étapes suivantes du processus de traitement de surface.

Tableau 6: Contrôles sur le bain de rinçage

Paramètres		valeur
Physique	T	45°C – 55 °C
	P	1 bar
Chimique	pH	$pH > 7,5$
	Conductivité (μS)	eau osmosée ≤ 52

Séchage

Après les étapes de rinçage, il est essentiel de sécher la surface de manière appropriée pour éviter toute contamination ou corrosion ultérieure.

Le séchage peut être réalisé de différentes manières :

☐ *Air comprimé (l'air chaud)*

A $T < 110^\circ$ pour éviter les brûlures dans la couche du tôle

☐ *chaleur ou de méthodes de séchage spécifiques*

Selon les besoins de la pièce traitée.

Peinture

Après le séchage on passe la tôle dans les tunnels de peinture (sous forme de poudre) avec un système électrostatique donc une création du champ magnétique entre la peinture et la tôle.

Chapitre II : traitement des surfaces métalliques

Cuisson

Elle consiste à soumettre la surface revêtue à une température élevée $T^{\circ}=200^{\circ}\text{C}$ pour bien collé la peinture pendant une période déterminée. La cuisson a plusieurs objectifs :

❑ **Durcissement** La cuisson permet au revêtement de polymériser et de durcir,

Améliorant ainsi sa résistance et sa durabilité.

❑ **Fusion**

Dans certains processus, la cuisson permet de fondre le revêtement, créant une couche lisse et uniforme.

❑ **Évaporation**

La cuisson peut entraîner l'évaporation des solvants résiduels présents dans le revêtement, laissant une finition solide et sèche.

❑ **Réaction chimique**

Certains revêtements subissent des réactions chimiques lors de la cuisson, ce qui peut améliorer leurs propriétés physiques et chimiques.

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

Chapitre 3 : Matériaux et technique de caractérisation

Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les techniques expérimentales que nous avons utilisées pour caractériser les matériaux étudiés.

Plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation métallurgique on cite :

- ☐ Micro duromètre (profil de microdureté).
- ☐ Microscope optique
- ☐ Essai de Scratch

Composition chimique du matériau

La composition chimique obtenue selon la fiche technique au niveau de l'entreprise C.E.M est présentée dans le tableau. Ci-dessous. On note que la tôle est obtenue par un laminage à froid et sont de normes différentes. L'épaisseur correspondante pour les tôles DC04 est 0.8 mm.

Tableau 7:Composition chimique d'acier DC04 selon la fiche technique.

Typed'acier	Normes	concentration maximale en C, P, S et Mn			
		C □	P %	S %	M n%
DC04	NF EN 10209	0.08	0.03	0.05	0.5

Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de l'acier DC04 selon la fiche technique obtenue au niveau de C.E.M IRIS sont présentées dans le tableau. Ci-dessous ;

Tableau 8:Caractéristiques mécanique

Type d'acier	Caractéristiques mécaniques		
	Re N/mm ²	Rm N/mm ²	A ₈₀ %min
DC04	140-240	270-350	34

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

Préparation des échantillons

La préparation des échantillons a été faite dans le laboratoire de qualité au niveau de l'entreprise IRIS. A partir d'une tôle de 3 m, nous avons pris trois échantillons dans les dimensions L/L sont 20mm/30 mm. Par la suite, chaque échantillon va subir une méthode de traitement différente dont l'objectif est de caractériser leurs comportements quant aux traitements et aux revêtements qu'ils recevront par la suite.

- ❑ **1^{er} échantillon** : Application de peinture sur une tôle noire sans aucun traitement préalable :
- ❑ **2^{ème} échantillon** : La tôle passe à travers différents bains de dégraissage afin d'éliminer les contaminants présents à la surface. Pour cela, deux types de produits de dégraissage ont été utilisés à savoir : Gardoclean (S5176) et Gardobond Additive (H7438). Le tableau 3.3 représente les caractéristiques des produits utilisés.
- ❑ **3^{ème} échantillon** : Pour préparer le 3^{ème} échantillon et former les couches minces plusieurs produits ont été utilisés. Le tableau 2.3. résume les différents produits utilisés.

Tableau 9:Caractéristiques des différents produits utilisés

Echantil lon	Bain	Produits	Types de produits	Den sité	pH
2 ^{ème} échantillon	Dégraissage	Gardoclean (S5176)	Hydroxyde potassium 10- 25% Tétra borate de di potassium 10- 25% Orthophosphate de tri potassium 5- 10%	1,54	13,81
		Gardobond Additive (H7438)	Alcoylated' alkyle 25 - 50%	1	12,96
3 ^{ème} échantillon	Dégraissage	Gardoclean (S5176)	Hydroxyde potassium 10 - 25% Tétra borate de di potassium 10 - 25% Orthophosphate de tri potassium 5 - 10%	1,54	13,81
		Gardobond Additive	Alcoylated' alkyle 25 - 50%	1	12,96

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

		(H7438)			
	Activation (affineur)	Gardoclean V6523	Orthophosphate de soduim	1,27 5	9,20
	Phosphatation	Gardobond R2230SE	Dihyraphosphate de zinc 25 - 50% Acide orthophosphorique 5 - 10% Nitrate de manganèse 1 - 2.5%	1.47 5	1.8 2
		Gardobond Additive H7141	Hydroxyde de sodium 25 - 50%	1.27 5	11. 67
		Gardobond Additive H7004	nitrate de soduim 25-50%	1.310	8.80
		Gardobond Additive H7163	(Bis Dihydrogénophosphate) de zinc 25 - 50% Acide Orthophosphorique 10- 25 % Nitrate de Nickel 0.1 %	1.521	1.67
	Chromatation	Gardobond D6981	Trioxyde de chrome 25 - 50%	1.26	0,93

Techniques de caractérisation

Micro dureté

La micro-dureté est définie comme la résistance qui oppose un matériau à sa pénétration par un autre corps plus dur que lui. Elle est mesurée grâce à l'empreinte que laisse un pénétrateur, dans le matériau étudié, sous une charge présélectionnée et pendant une durée d'action déterminée. Les propriétés mécaniques des dépôts Zn-Cu élaborés ont été déterminées par la mesure de la micro-dureté à l'aide d'un micro-duromètre INNOATEST (figure 3.1 (b)). Le principe de cette technique consiste à appliquer un indenteur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée, d'angle au sommet 136° qui s'enfonce dans le

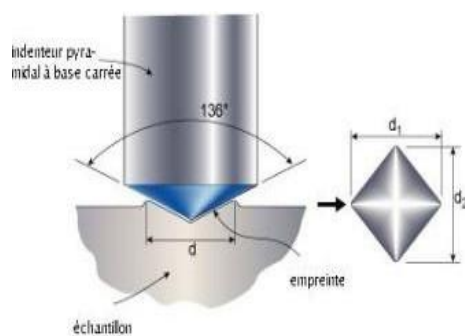
Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

matériau à tester sous une charge de 200 g appliquée pendant 10 secondes et guidée par un microscope optique intégré à des augmentations de 100X et 400X. Au retrait de l'indenteur, une empreinte résiduelle (d) persiste (figure 3.1 (a)). La dureté HV est reliée à la longueur de la diagonale de l'empreinte (d) et à la charge appliquée (P) par la relation suivante [1]:

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2}$$

Avec : P en Kgf, d en μm .

Pour chaque échantillon, la valeur de la micro-dureté correspondante représente la moyenne de cinq empreintes réparties sur différents grains



(a)



(b)

Figure 29: Principe de la mesure de la micro-dureté : (a) indenteur en diamant et son empreinte,

(b) microduromètre INNOATEST.

Microscope optique

Un microscope métallographique optique permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 50x. Ce microscope s'accompagne d'une caméra.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation des surfaces, et des coupes transversales.



Figure 30: Microscope optique

Essai de Scratch

L'adhésion représente la liaison qui crée l'adhérence d'une surface d'un matériau à un autre. Cette liaison est réalisée par les forces d'interactions situées à l'interface entre les deux matériaux : les forces de Van-Der-Waals (interaction physique) et les forces de type covalentes (interaction métallurgique) [2]. Alors que l'adhérence est une grandeur qui se mesure par des essais mécaniques visant à évaluer la force nécessaire pour séparer deux matériaux maintenus solidaires par adhésion. Elle caractérise la résistance à la rupture de l'interface entre les deux matériaux. L'adhérence et l'adhésion sont donc deux notions différentes, mais complémentaires.

Il existe un grand nombre de méthodes permettant de mesurer la tenue d'un dépôt sur un substrat. Vu l'existence d'une centaine d'essais d'adhérence, on s'intéresse à l'essai le plus simple en mise en œuvre et le plus utilisé de nos jours, qui est l'essai de rayage ou le « scratch test ». On exploite cet essai pour évaluer l'adhérence du dépôt (couche phosphatée) de deux échantillons où on analysera la différence entre leurs résultats.

Test de contrôle de qualité

Test de choc

Le test de choc pour l'adhérence est une méthode utilisée pour évaluer la résistance d'un revêtement, d'un adhésif ou d'une liaison à une contrainte de choc ou à un impact. Il est généralement réalisé pour vérifier la qualité et la durabilité des liaisons adhésives dans des

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

applications telles que l'industrie automobile, l'aérospatiale, la construction ou d'autres domaines où une adhérence fiable est essentielle.

Cet équipement est principalement utilisé pour évaluer la résistance à l'impact de différents revêtements tels que les peintures, les vernis, ainsi que les revêtements bruts, laminés ou plastiques. Il est également largement employé dans le contrôle qualité pour mesurer la résistance aux chocs et à l'enfoncement de divers matériaux tels que le plastique, la résine, la fibre de verre, les tôles minces ou le contreplaqué.

Les essais de choc les plus fréquemment réalisés sont les essais Charpy ou IZOD. Les essais Charpy sont mis en œuvre conformément aux normes ISO 179-1 et ASTM D6110. Essais Charpy instrumentés conformément à la norme ISO 179-2. Les essais Izod sont réalisés conformément aux normes ISO 180, ASTM D256, ASTM D4508 de même que „Unnotched cantilever beam impact“ conformément à ASTM D4812.

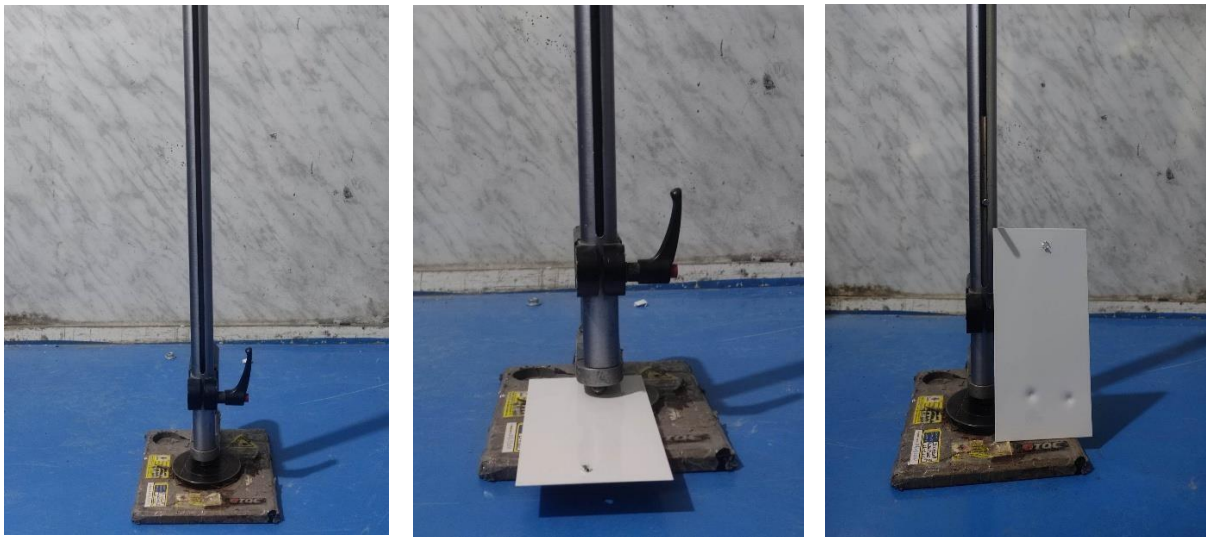


Figure 31: appareil de test de choc

Test de quadrillage

Le test de quadrillage est une méthode simple mais efficace pour évaluer la qualité et la régularité d'une surface en utilisant un réseau de lignes droites tracées à intervalles réguliers.

Le principe de base du test de quadrillage consiste à tracer un réseau de lignes droites équidistantes sur la surface à évaluer. Les lignes sont généralement tracées à l'aide d'un outil de marquage approprié.

Une fois que le quadrillage est tracé, il est possible d'examiner la surface à la loupe pour déterminer si elle présente des défauts, des irrégularités ou des variations indésirables. Ces

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

défauts peuvent inclure des rayures, des bosses, des ondulations, des taches ou d'autres domaines où une adhérence fiable est essentielle.



Figure 32:Peigne de quadrillage

Test de pliage

Le test de pliage, également appelé test de flexion, est une méthode utilisée pour évaluer la résistance et la flexibilité d'un matériau ou d'un objet sous une contrainte de flexion.

Le test de pliage implique de soumettre l'échantillon à une force de flexion contrôlée jusqu'à ce qu'il atteigne un angle de flexion spécifique ou jusqu'à ce que des dommages ou des défaillances se produisent. La force appliquée peut être uniforme sur toute la longueur de l'échantillon ou concentrée sur un point spécifique pour simuler des conditions réelles d'utilisation.

Cet appareil d'essai est spécifiquement conçu pour être utilisé dans les laboratoires des fabricants de peintures et dans les laboratoires de contrôle qualité des applicateurs de peintures, afin de tester les peintures liquides et en poudre.

L'essai de pliage est régi par la norme NF EN 910 :1996.

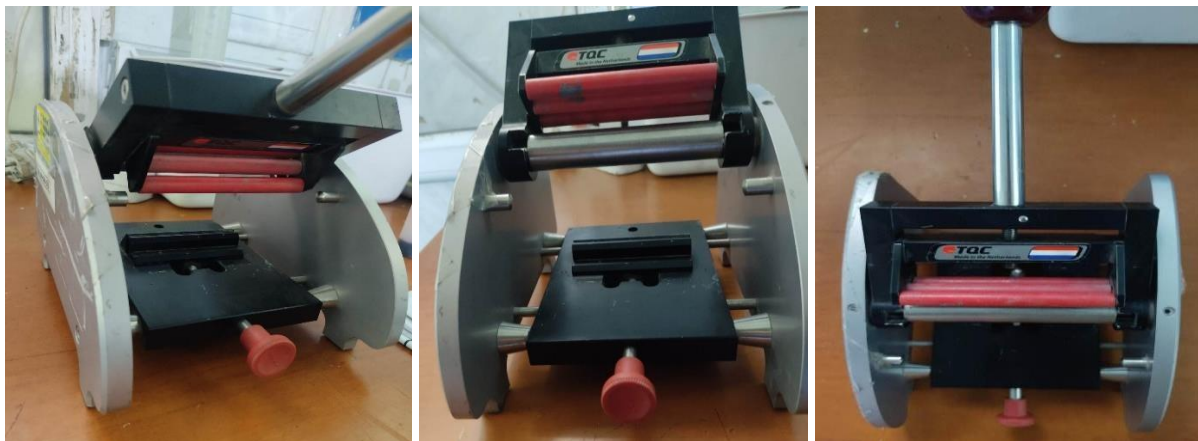


Figure 33: appareil de test de pliage

Conclusion Générale :

En conclusion, l'étude des couches minces de phosphatation sur les tôles métalliques a démontré l'importance des traitements de surface pour préparer efficacement les substrats avant l'application de la peinture. Les différentes étapes, telles que le dégraissage, le rinçage, la phosphatation et le séchage, ont joué un rôle crucial dans l'obtention de revêtements de qualité.

Le dégraissage a permis d'éliminer les contaminants et les graisses présentes à la surface de la tôle, assurant ainsi une adhérence optimale de la couche de phosphatation. Les produits de dégraissage appropriés ont été sélectionnés en fonction du type de graisse à éliminer et des propriétés de la pièce.

Le rinçage, en utilisant de l'eau adoucie et de l'eau osmosée, a contribué à éliminer les résidus des étapes précédentes, évitant ainsi toute interférence avec le processus de phosphatation. Les conditions de rinçage, telles que la conductivité de l'eau et le débordement, ont été contrôlées pour garantir des résultats optimaux.

La phosphatation, en utilisant des produits contenant des cations de magnésium, de zinc et de phosphate, a permis de former une couche de conversion chimique sur la surface de la tôle. Cette couche a amélioré l'adhérence de la peinture, offrant une meilleure protection contre la corrosion et une durabilité accrue.

Enfin, le séchage soigneux des tôles traitées a assuré l'élimination de toute trace d'humidité, créant ainsi des conditions propices à l'application de la peinture.

Chapitre III : Matériaux et technique de caractérisation

Dans l'ensemble, l'optimisation des différentes étapes de traitement a permis d'obtenir des tôles métalliques préparées de manière adéquate pour l'application de la peinture. Cela a conduit à des revêtements de qualité, offrant une protection efficace contre la corrosion, une meilleure adhérence de la peinture et une durabilité accrue.

Chapitre VI : Résultats et discussion

Chapitre 4 : Résultats et discussion

Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons en premier des photos réelles des différents substrats étudiés dont des observations basées sur l'œil ont été constatées. La deuxième partie est consacrée au contrôle de qualité du produit final. Enfin dans la troisième partie, on présente les différentes caractérisations effectuées. La caractérisation mécanique des différents échantillons élaborés et cela en se basant sur les profils de micro-dureté HV sous une charge, ainsi que des tests de Scratch et des images en 3D.

Résultats et discussion

Premier échantillon

Une application directe de la peinture sur une tôle brute nous a permis de tirer les observations, à l'œil nu, suivantes :

- ☐ Faible adhérence
- ☐ Aspect rugueux
- ☐ Présence de taches ou de marques
- ☐ Sensibilité à la corrosion
- ☐ Absorption inégale de la peinture



Figure 34: Tôle brute teinte

Il a été constaté que la peinture est mal à adhérer sur la tôle en raison de plusieurs facteurs. L'un des principaux problèmes est la présence de plusieurs impuretés telles que les huiles, les

Chapitre VI: Résultats et discussion

graisses, la poussière ou d'autres substances qui peuvent être présentes à la surface de la tôle. La mauvaise adhérence peut être expliquée soit par la formation d'une barrière à base des impuretés entre la peinture et la surface. Soit par la composition de la tôle noire elle-même. En effet, certaines tôles peuvent être recouvertes d'oxydes ou d'autres substances qui peuvent inhiber l'adhérence de la peinture.

Deuxième échantillon

L'échantillon subit un traitement avant de le teinter. En effet, un dégraissage dans différents bains a été effectué afin d'éliminer toutes impuretés présentes à la surface. La photo réelle de la tôle nous a permis de constater :

- ☐ Mauvaise adhérence
- ☐ Faible résistance à la corrosion
- ☐ Problèmes d'aspect
- ☐ Durabilité réduite



Figure 35: Tôle subit seulement un traitement de dégraissage teintée

Malgré que l'élimination des impuretés a été faite sauf que la qualité du produit final est inacceptable. A cet effet, il est préférable d'appliquer d'autres traitements après le dégraissage, tels que la phosphatation pour assurer une meilleure adhérence, une résistance à la corrosion et une durabilité accrue de la peinture. Le dégraissage seul est rarement suffisant pour garantir un revêtement de haute qualité.

Chapitre VI: Résultats et discussion

Troisième échantillon

Passant la tôle par tous les traitements requis avant la peinture, on obtient un résultat final de peinture de qualité supérieure avec une meilleure adhérence, une résistance à la corrosion renforcée et une durabilité accrue. Cela garantit un revêtement esthétique, protecteur et durable pour la tôle, adapté à une utilisation à long terme.



Figure 36: Tôle subit tous les traitements nécessaires

Contrôle de qualité de la tôle après la peinture

Etant donné que le contrôle de la qualité est essentiel pour plusieurs raisons, notamment l'image de marque de l'entreprise, les questions réglementaires, le bien-être des employés, la bonne gestion des ressources et la détection de anomalies sur les produits manufacturés par l'entreprise IRIS.

Test de choc

L'essai consiste à déterminer la résistance aux chocs des métaux, ou résilience KCU ou KCV. Il s'agit, dans cet essai, de rompre au moyen d'un mouton pendule, mesure 0,5 m et une masse en extrémité de 1k, une éprouvette entaillée. Il faut noter que le pendule est lâché d'une hauteur h_0 de 60 cm et que l'angle de remontée mesurée est $\theta_1 = 70^\circ$.

Chapitre VI: Résultats et discussion

Etant donné que plus la valeur de KCU est grande, plus le métal a l'aptitude à résister aux chocs.

Tableau 10: Résultats de KCU pour les différents échantillons étudiés

Echantillon	Non traité	Non traité teinté	Dégraissage	tout traitement
KCU (J/cm ²)	13,735	20,038	33,587	50,896

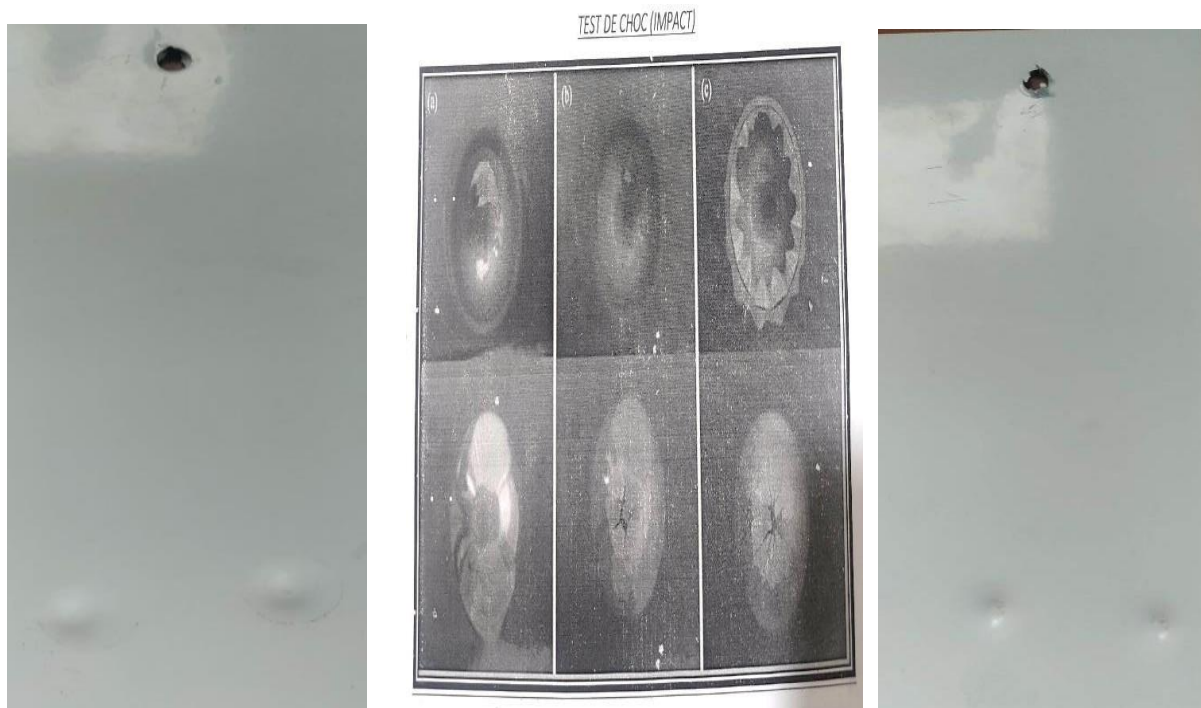


Figure 37: Pièce subit à un test de choc

Chapitre VI: Résultats et discussion

Figure 37. Pièce subit à un test de choc.

Test de quadrillage

L'essai de quadrillage est une méthode simple et facile à réaliser pour tester l'adhérence de systèmes de peinture mono- ou multicouches.

La méthode utilisée pour déterminer la résistance des produits de peinture consiste à effectuer des séries de quadrillage à angle droit sur la surface jusqu'au subjectile.

Lorsque cette méthode est appliquée à un système multicouches, le mode opératoire permet également d'évaluer la résistance des couches individuelles du revêtement à se séparer les unes des autres.



Figure 38: Pièce subit à un test de choc.

D'après la figure 4.6, on peut constater que la surface des incisions est parfaitement plate; aucun carré ne s'est détaché.

Résultat positif : le subjectile après une préparation appropriée, est prêt à recevoir une nouvelle couche de peinture.

Test de pliage

Le pliage d'une bande de tôle peinte sur un diamètre défini permet d'examiner l'aptitude à l'allongement et à l'adhérence d'un film de peinture sous contrainte de flexion. Le panneau-test métallique est maintenu et plié par rotation d'une barre sur le mandrin conique de 200 mm de long. Cela permet une identification rapide en une seule opération du point de défaillance du revêtement à un certain diamètre sur tout ou partie de la longueur du mandrin. Le diamètre où se produit la fissure permet de définir le taux d'allongement et les propriétés

Chapitre VI: Résultats et discussion

d'adhérence du revêtement



Figure 39: Pièce subit à un test de pliage

Positector

Dont l'objectif de mesurer l'épaisseur de la peinture exercée sur la pièce, un test positector a été appliqué. l'épaisseur de la pièce recouverte par la peinture époxy est comprise entre 50 et 90 μm , tandis que la marge de l'épaisseur de la peinture émaillage est comprise entre 70 et 130 μm .

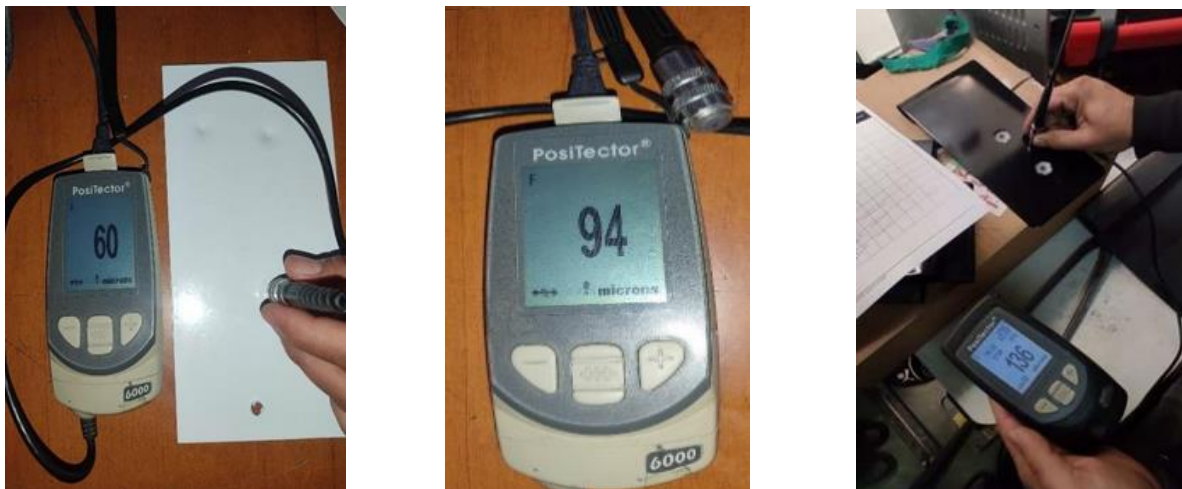


Figure 40: Positector

Caractérisation des différents échantillons

Micro dureté

Les résultats obtenus sous une charge de 200 g avec un pas d'environ 300 μm sont illustré dans figure 4.8.

Chapitre VI: Résultats et discussion

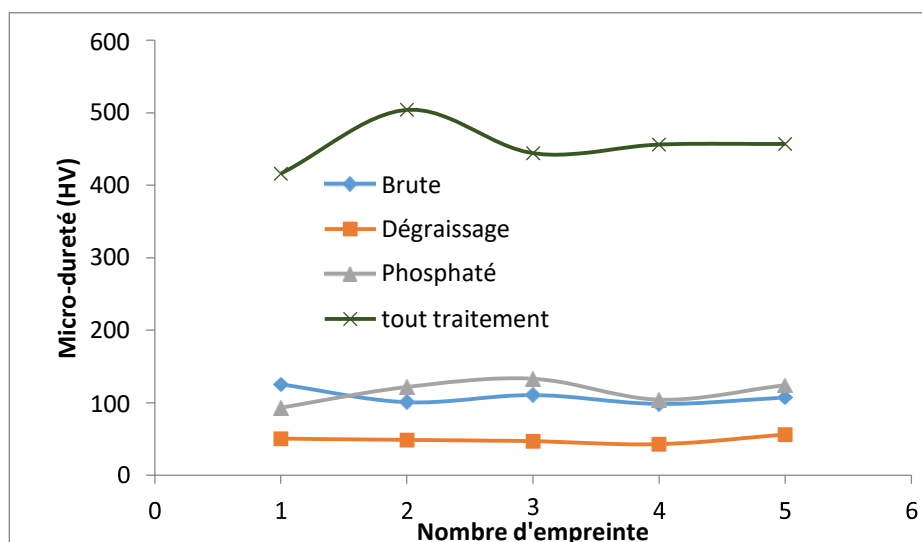


Figure 41: Profil de micro-dureté HV pour le substrat non traité et les trois substrats

D'après la figure 4.8, on constate que la micro-dureté en moyenne de l'échantillon 3 (teinté après une série des traitements) est nettement supérieure à l'échantillon traité seulement par dégraissage puis teinté et au celui qui n'a subi aucun traitement.

Tableau 11: la micro-dureté moyenne des différents échantillons étudiés.

Echantillon			Micro-dureté (HV)
Brute (teinté non traité)			108,48
1 ^{er}	échantillon	(teinté dégraissé)	48,88
2 ^{ème}	échantillon	(teinté phosphaté)	115,16
3 ^{ème}	échantillon (teinté traité)		455,34

Chapitre VI: Résultats et discussion

Profilomètre 3D et 2D

Echantillon de référence : Brute

Pour l'échantillon de référence, nous remarquons une topologie de surface hétérogène sur toute la surface traduisant que la surface est non rugueuse. Cette surface est comprise entre $-6\text{ }\mu\text{m}$ à $18\text{ }\mu\text{m}$ (Figure 4.9). Le profil 2D représentée par la Figure 4.10 de l'échantillon de référence montre que le substrat est caractérisé par une forte rugosité de surface $R_a=0,45\mu\text{m}$.

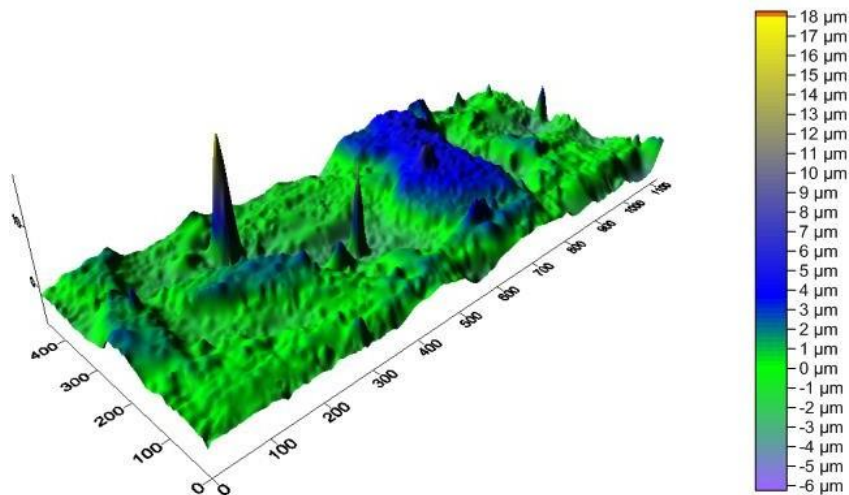


Figure 42: Profilomètre 3D de l'échantillon référence

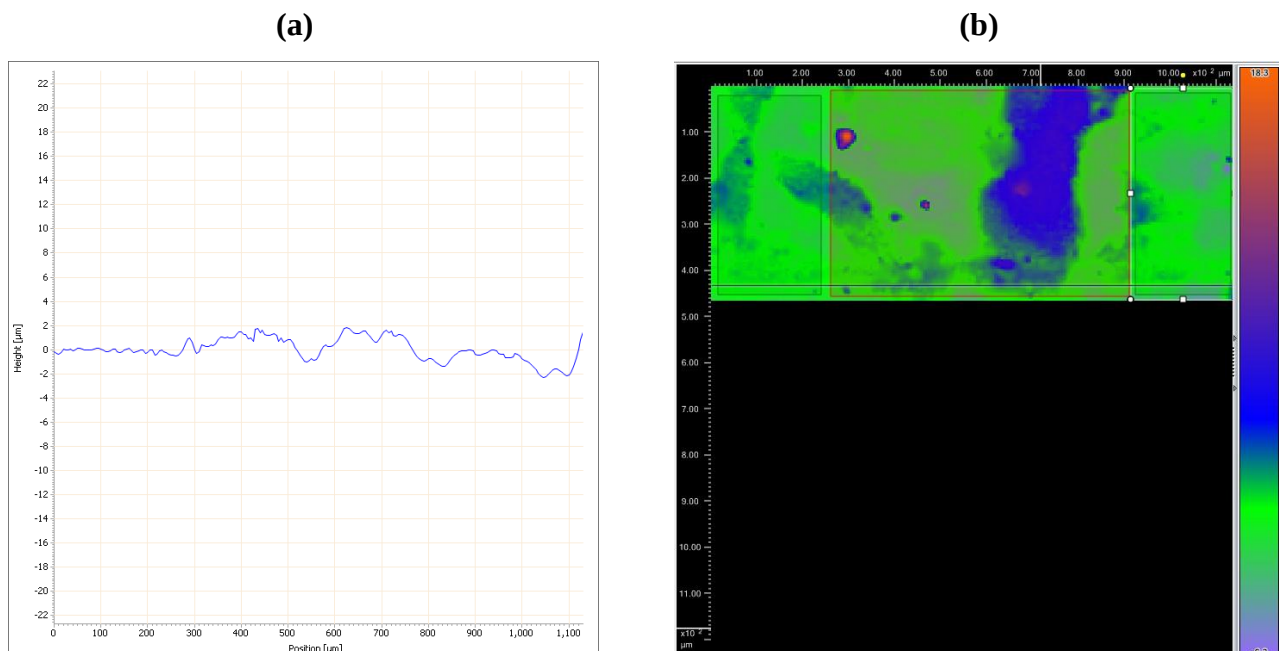


Figure 43: a) Profilométrie 2D ($R_a= 0,45\text{ }\mu\text{m}$), b) image 2D de la surface de

Chapitre VI: Résultats et discussion

Premier échantillon : teinté non traité

Il a été remarqué qu'avec la création d'une couche de peinture plus au moins protectrice à l'échantillon de référence, le revêtement est caractérisé par une topographie renfermant des pores et présente une certaine homogénéité. Le profil 2D de surface montre clairement que la rugosité est faible ($R_a = 0,33 \mu\text{m}$), la gamme est dans l'intervalle ($-5 \mu\text{m}$ à $2 \mu\text{m}$).

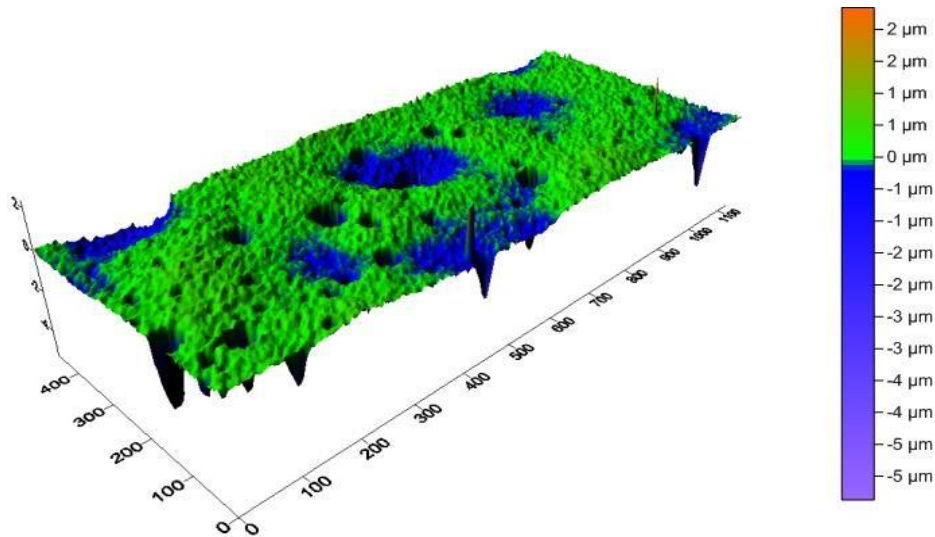


Figure 44: Profilomètre 3D de l'échantillon 01

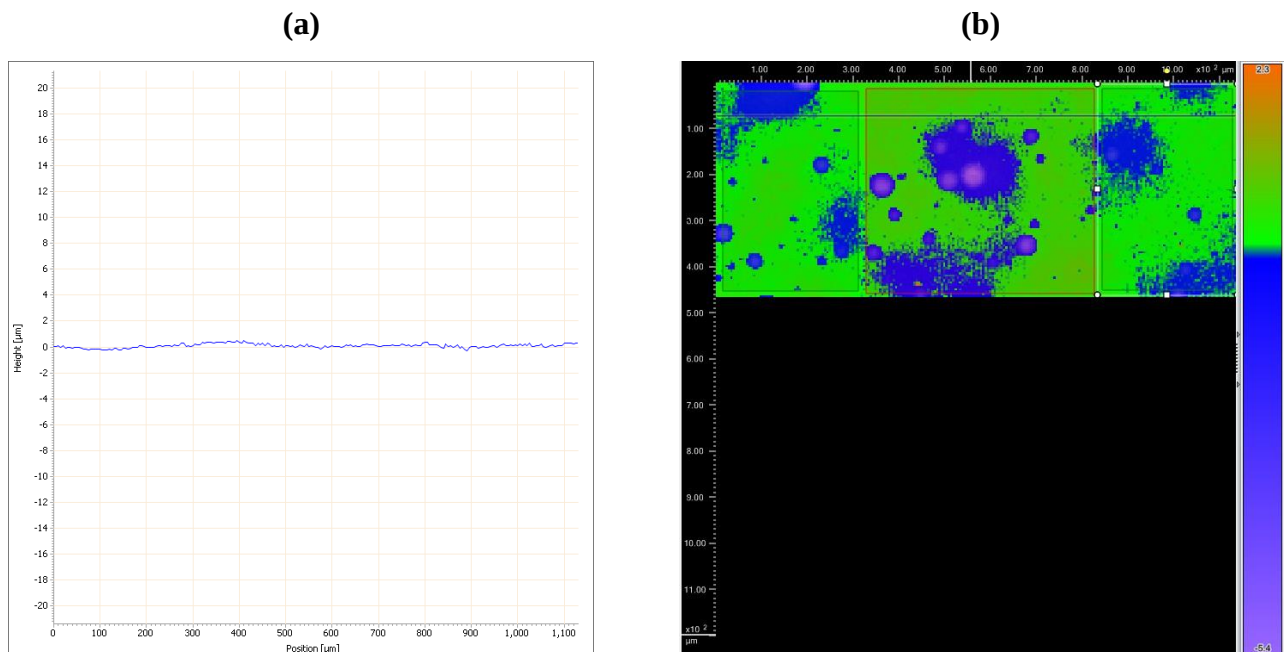


Figure 45: a) Profilométrie 2D ($R_a = 0,33 \mu\text{m}$), b) image 2D de la surface de l'échantillon

Deuxième échantillon : Dégraissé teinté

La topographie de surface en 3D montre que le revêtement est rugueux comparativement aux autres topographies. Le profil 2D de surface montre clairement que la rugosité est moyennement élevée ($R_a = 0,24 \mu\text{m}$), la gamme est dans l'intervalle ($-3 \mu\text{m}$ à $4 \mu\text{m}$).

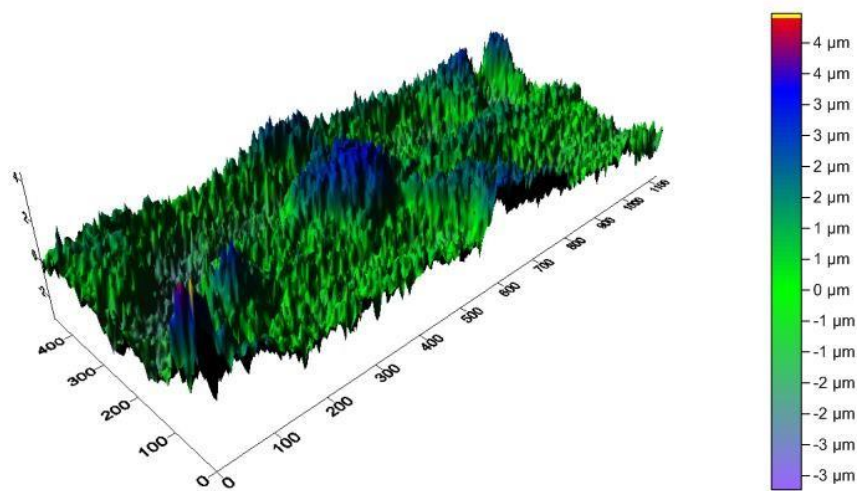
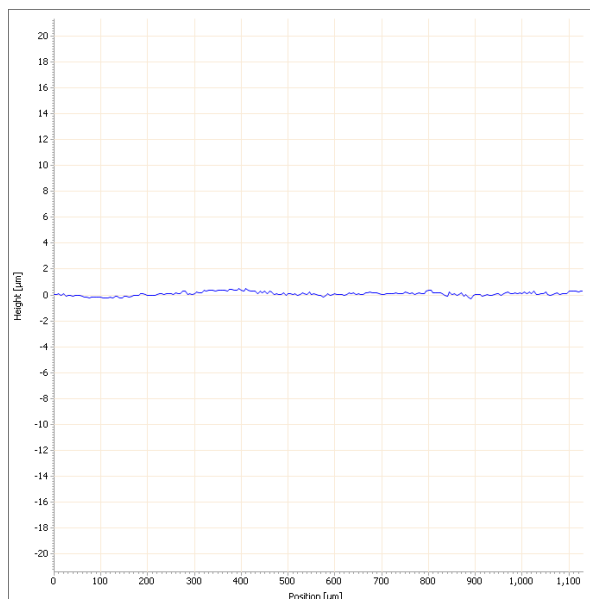
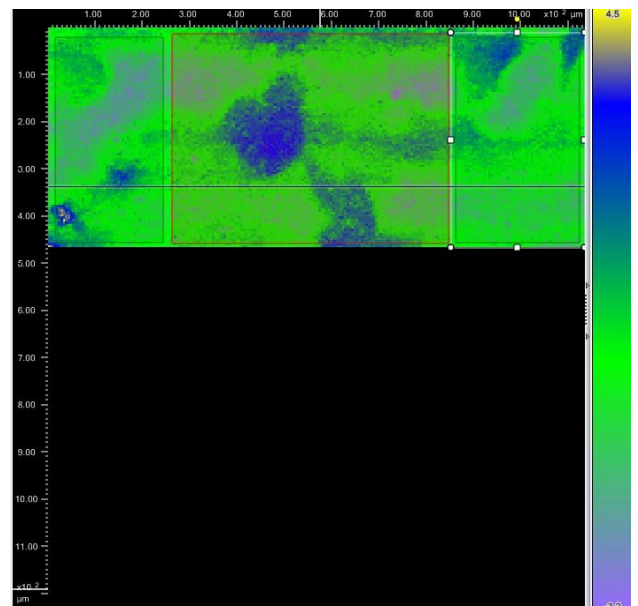


Figure 46: Profilomètre 3D de l'échantillon 02

(a)



(b)



Chapitre VI: Résultats et discussion

Figure 47: a) Profilométrie 2D ($R_a = 0,24 \mu\text{m}$), b) image 2D de la surface de l'échantillon 2

Troisième échantillon : traités teinté

Pour le dernier échantillon qui subit différents traitements, nous remarquons une topologie de surface homogène sur toute la surface traduisant que la surface est rugueuse. Cette surface est comprise entre $-1 \mu\text{m}$ à $2 \mu\text{m}$ (Figure 4.14). Le profil 2D représentée par la Figure 4.15 de l'échantillon du produit fini montre que le substrat est caractérisé par une faible rugosité de surface $R_a = 0,06 \mu\text{m}$.

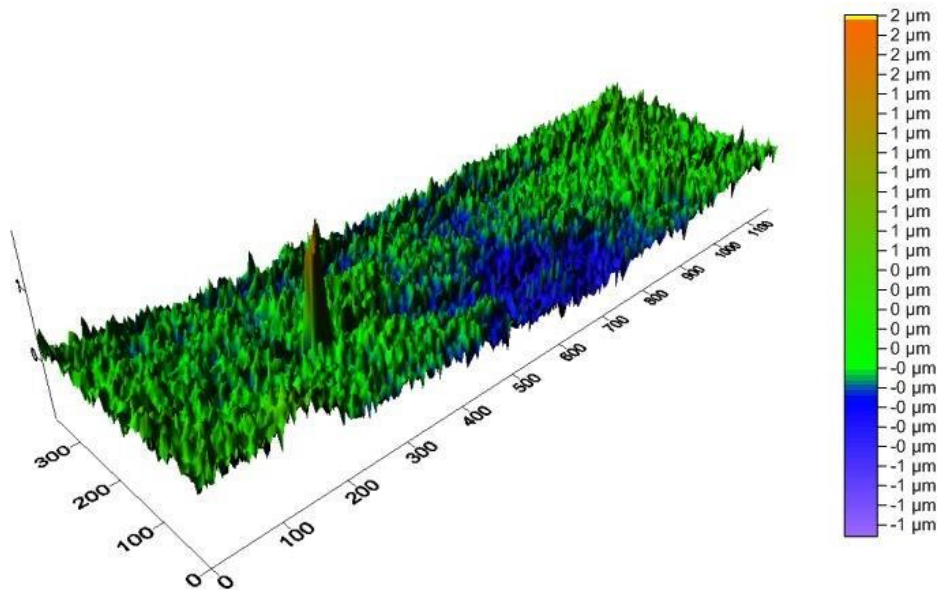
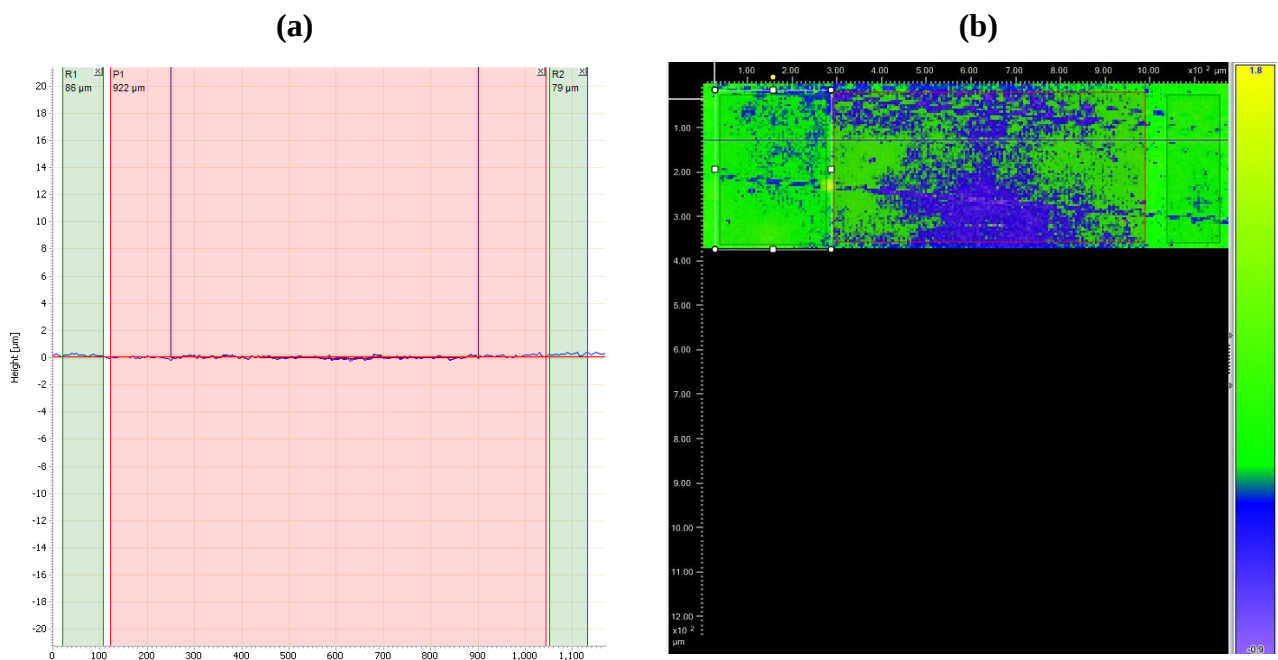


Figure 48: Profilomètre 3D de l'échantillon 03



Chapitre VI: Résultats et discussion

Figure 49:a) Profilométrie 2D ($Ra = 0,06 \mu m$), b) image 2D de la surface de l'échantillon 3

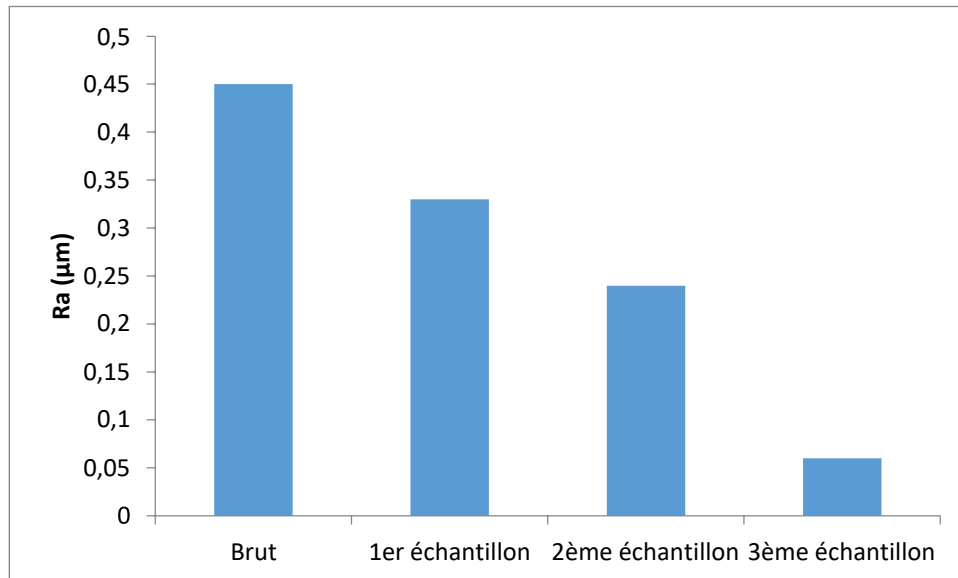


Figure 50: Variation de la rugosité en fonction de type de l'échantillon.

La figure montre le traitement joue un rôle très important dans la rugosité de la surface. En effet, il a été trouvé que la rugosité des surfaces des échantillons suit cet ordre :

$$Ra_{Brut} > Ra_{échan.01} > Ra_{échan.02} > Ra_{échan.03}$$

Test de scratch

Chapitre VI: Résultats et discussion

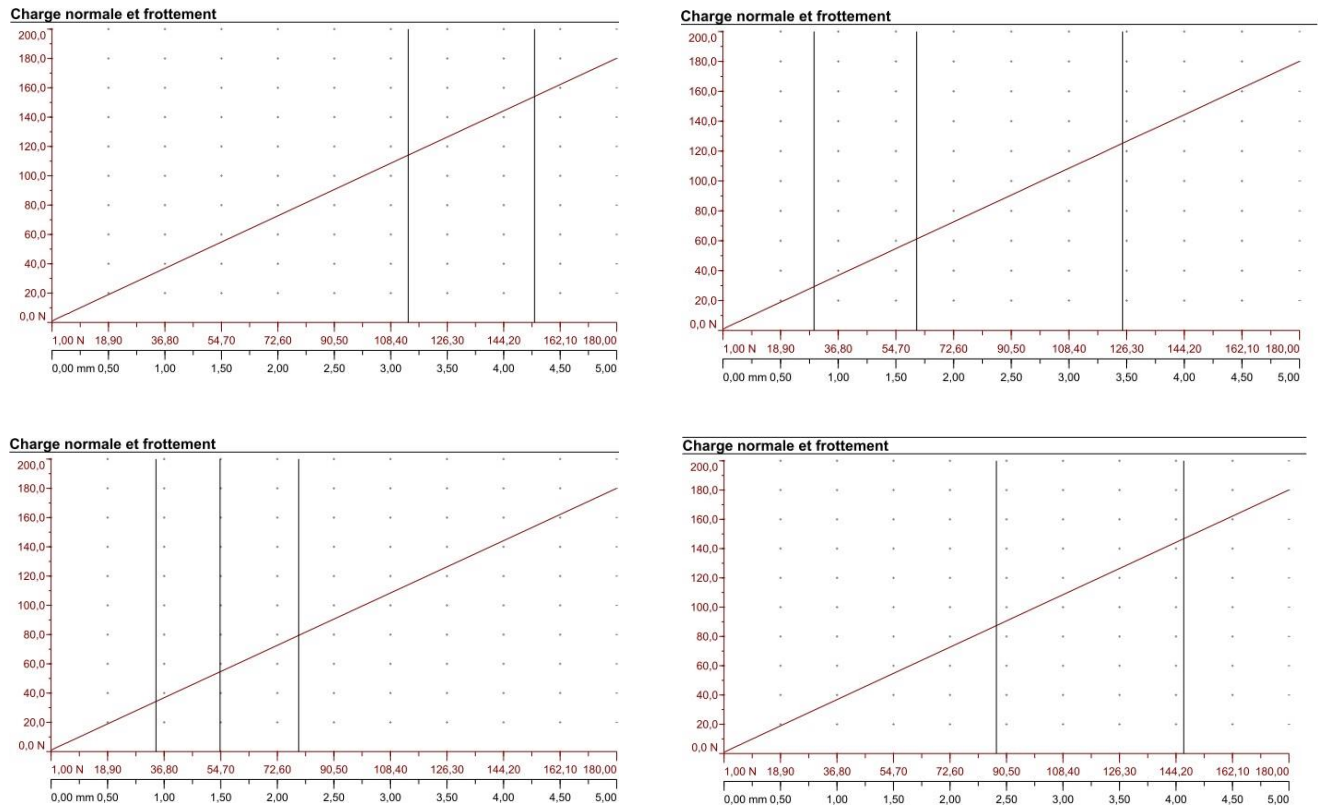


Figure 51: Variation du frottement en fonction de la charge normale pour les différents

D'après la courbe qui représente la variation du frottement en fonction de la charge normale ; il a été constaté qu'il y'a une relation proportionnelle entre la charge et le frottement et donc l'épaisseur de la rayure afin de provoquer une rayure superficielle.

Conclusion générale

Les conclusions qu'on peut tirer de ce travail qui entre dans le cadre du projet de fin d'études pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Sciences et Génie des Matériaux sont les suivantes

Le dégraissage seul ne suffit généralement pas à assurer une bonne adhérence de la peinture et une durabilité à long terme du revêtement.

Il est préférable d'appliquer d'autres traitements après le dégraissage, tels que la phosphatation, l'application d'un primaire ou d'un apprêt, pour assurer une meilleure adhérence, une résistance à la corrosion et une durabilité accrue de la peinture. Le dégraissage seul est rarement suffisant pour garantir un revêtement de haute qualité.

Lors du test de choc il a été trouvé que la valeur de kCU suit cet ordre :

$$KCU_{brut} < KCU_{non\ traité} < KCU_{dégraissé} < KCU_{traité}$$

D'après le test de quadrillage effectué sur l'échantillon traité teinté, il a été constaté que la surface des incisions est parfaitement plate; aucun carré ne s'est détaché.

La microdureté des échantillons étudiés suit cet ordre :

$$HV_{brut} < HV_{non\ traité} < HV_{dégraissé} < HV_{traité}$$

Il a été aussi trouvé que la rugosité des surfaces des échantillons suit cet ordre :

$$Ra_{Brut} > Ra_{échan.01} > Ra_{échan.02} > Ra_{échan.03}$$

Reference bibliographique

- [1] A. Schweitzer. Corrosion and Corrosion Protection Handbook. Edited by Philip, New York. 1983.
- [2] Sébastien ROY, Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation, Application à la microélectronique et au biomédical, Thèse de doctorat à l'École des Mines de Paris, 2008.
- [3] Z. nesrine, *Elaboration et carcterisation des revetements metallique par voix chimique*, 2019 .
- [4] R. stamand, *Thermolaquage sur acier*, 2016.
- [5] G. zohra, *L'influence du pH sur les propriétés des Revêtement Ni-Co synthétise par électrodéposition*.
- [6] B. Badredine, *Depot par electrodiposition et caracterisation de materiaux destine à la fabrication de cellules photovoltaïques a base decouches minces*.
- [7] B. d. Ammiche melissa, *Etude et choix de revetement zingage nicklage et phosphatation*, 2021.
- [8] B. I, *Élaboration et caractérisation des couches minces nano-structurées à base de ZnO, pour usage photovoltaïque*, 2018.
- [9] F. Bourquard, «Ablation laser femtoseconde assistée d'une mise en forme temporelle pour le dépôt de couches minces et la synthèse de nanoparticules,» Saint-Étienne, 2013
- [10] Z. k. Djebbar khaoula, *Elaboration par bain chimique et etude des couches minces desulfure caduim (CdS) et sulfure de cuivre(CuS)*, 2017.
- [11] *Dossier Technique : Le Procédé Sol-Gel*.
- [12] Z. M, «effet de couche de phosphatation sur un substrat d'acier lors de revetement organique,» Setif , 2016.
- [13] D. I, *Les matériaux absorbeurs en couches minces*.
- [14] A. Mennad, «Les techniques de dépôt de couches minces et leurs applications,» Tipaza, 2015. [En ligne].
- [15] B. liba, <https://microelectronique.univ-rennes1.fr/fr/chap8f.htm>.
- [16] C. salim, *Propriétés des fenêtres optiques ZnO:Al pour cellules solaires en couches minces à base de CIGS*, 2012.

- [17] C. C.-C. L. C.-H. Lin T-S, «Study on the Adhesion of Phosphated Galvanized Steel Sheet with Electropaints,» Journal of Applied Polymer Science, 1993.
- [18] leidheiser, 1979.
- [19] freman, 1986.
- [20] P. gougeli, *Etude de la phosphatation électrochimique des surfaces métalliques* ., 1985.
- [21] D. O, «Elaboration et caractérisation des couches minces de Sulfure de Zinc préparées par spray ultrasonique,» Constantine.
- [23] D. haroun, *Identification basée sur le code d'iris*, 2010.
- [24] B. m. Boumedienne ikram, *Analyse de l'influence des caractéristiques des granulats légers sur le comportement du béton*, 2020.
- [25] B. a. Betroune asma, *Etude expérimentale et théorique en vue de la modélisation des caoutchoucs utilisés dans l'industrie automobile IRIS TYRES SETIF*, 2021.
- [26] H. k. Benhata asma, *Mesure des performances de la chaîne logistique de l'entreprise saterex (IRIS)*, 2020.
- [27] K. f. kessouri noura, *Développement et application d'une peinture époxydique monocouche anticorrosion à faible teneur en COV*, 2016.
- [28] A. a. toufik, *Caractérisations physico-chimiques des matières premières et paramètres technologiques de fabrication des céramiques de l'usine SCS de Bejaia*, 2022.
- [29] B. s. ., C. z. ., M. f. Bedjaoui taoues, *gestion et traitement des eaux usées*, 2021.